

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

LOMOVÉ CHOVÁNÍ TRUBKOVÝCH POLYOLEFINŮ

FRACTURE BEHAVIOUR OF PIPE GRADE POLYOLEFINS

DOKTORSKÁ PRÁCE
DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ing. LUBOMÍR FIEDLER

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. RNDr. BOHUMIL VLACH, CSc.

BRNO 2011

ABSTRAKT

Práce se zabývá studiem lomového chování trubkových typů vysokohustotního polyetylénu (HDPE). V první části byla provedena podrobná studie současného stavu poznání. Byla zaměřena na používané typy plastů pro trubkové aplikace, mezní stavy plastových trubek a klíčové parametry ovlivňující lomové chování trubkových materiálů. Dále byly sumarizovány běžně používané metody pro stanovení životnosti plastových trubek a experimentální stanovení odolnosti trubkových materiálů i samotných trubek, proti meznímu stavu křehkého lomu po dlouhé době provozu a rychlému šíření trhliny. V druhé části byl sledován vliv zpracovatelských podmínek na vnitřní strukturu nativních trubkových typů HDPE a na odolnost těchto materiálů proti pomalému šíření trhliny a rychlému šíření trhliny. Byla studována korelace mezi výsledky alternativních krátkodobých zkoušek a výsledky FNCT testu, který je v Evropě běžně používán jako standardizovaný urychlený test pro odhad životnosti trubkových materiálů. Byl stanoven experimentální základ pro numerický model hodnotící lomové chování vícevrstvých trubek. Byly navrženy 2 typy nehomogenních zkušebních těles pro hodnocení odolnosti vícevrstvých trubek proti pomalému šíření trhliny. Toto hodnocení bylo provedeno na základě parametrů lineární elastické lomové mechaniky a elasto-platické lomové mechaniky.

ABSTRACT

The thesis deals with the study of the fracture behaviour of the pipe grades of high density polyethylene (HDPE). Detailed study of current state of knowledge was performed in the first part. The focus was put on those types of polymers used for pipeline applications, the limit states of the plastic pipes, and the key parameters affecting the fracture behaviour of plastic pipes' materials. The methods used for testing the plastic pipes and native pipeline materials were summarized. In the second part of this work, the relationship between the processing conditions, internal structure and fracture behaviour of the native types of HDPE pipe grades was evaluated. Then, the correlation between short-term alternative tests and the standardized accelerated full notch creep test (FNCT) was studied. An experimental basis for numerical model for evaluation of the fracture behaviour of multilayer pipes was established. Two types of non-homogeneous specimens for evaluating the resistance of multilayer pipes against slow crack growth (SCG) were suggested. This evaluation was based on the parameters of linear elastic fracture mechanics (LEFM) and elasto-plastic fracture mechanics (EPFM).

KLÍČOVÁ SLOVA

Vícevrstvé trubky, polyetylén, pomalé šíření trhliny, rychlé šíření trhliny

KEY WORDS

Multilayer pipes, polyethylene, slow crack growth, rapid crack propagation

FIEDLER, L. *Lomové chování trubkových polyolefinů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 126 s. Vedoucí disertační práce prof. RNDr. Bohumil Vlach, CSc..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem disertační práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Disertační práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího disertační práce a děkana FSI VUT v Brně.

V Brně 23.8.2011

Ing. Lubomír Fiedler

Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval svým školitelům prof. RNDr. Bohumilu Vlachovi, CSc. a doc. Ing. Evě Nezbedové, CSc. za jejich pomoc a odborné konzultace. Dále bych rád poděkoval pracovníkům Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně, Polymer Institutu Brno, spol. s r. o., Ústavu makromolekulární chemie AV ČR a Ústavu fyziky materiálů AV ČR za jejich pomoc při řešení experimentální části disertační práce. Za podporu a nekonečnou trpělivost patří speciální poděkování rodině.

Obsah

1	Úvod.....	1
2	Používané materiály v oblasti plastových trubek	3
2.1	<i>Rozdělení plastových trubek</i>	<i>3</i>
2.2	<i>Typy trubkových materiálů</i>	<i>3</i>
2.2.1	Polyvinylchlorid (PVC)	3
2.2.2	Polyetylén (PE)	4
2.2.3	Zesíťovaný polyetylén (PE-X)	6
2.2.4	Polypropylen (PP)	7
2.2.5	Polybutylen (PB-1)	8
2.2.6	Akrylonitril–butadién–styren (ABS)	9
2.2.7	Polyvinylidenfluorid (PVDF)	9
2.2.8	Etylén–Chlortrifluoretylén (E-CTFE)	9
2.2.9	Polyamid 11 (PA-11)	9
2.2.10	Trubky vyztužené skelnými vlákny (FRP)	10
2.2.11	Vícevrstvé trubky (Multilayer pipes)	10
2.3	<i>Používané termíny, definice a zkratky</i>	<i>10</i>
2.3.1	Potrubní řada (S)	10
2.3.2	Nejmenší požadovaná pevnost (MRS)	11
2.3.3	Jmenovitý přetlak (PN)	11
2.3.4	Standardní rozměrový poměr (SDR)	11
2.3.5	Konstrukční napětí (σ_s)	11
2.4	<i>Stav napjatosti ve stěně trubky.....</i>	<i>12</i>
3	Mezní stavy plastových trubek.....	13
3.1	<i>Křehký lom po dlouhé době provozu</i>	<i>13</i>
3.1.1	Mechanismus pomalého šíření trhliny (SCG)	14
3.2	<i>Rychlé šíření trhliny (RCP).....</i>	<i>16</i>
3.2.1	Lomové – mechanický přístup k RCP	16
3.2.2	Přechodová (kritická) teplota T_C	17
3.2.3	Termální dekohezni model	18
4	Parametry ovlivňující lomové chování trubkových materiálů	21
4.1	<i>Rychlé šíření trhliny (RCP).....</i>	<i>21</i>
4.2	<i>Pomalé šíření trhliny (SCG)</i>	<i>22</i>
5	Metody hodnocení odolnosti trubkových materiálů a trubek proti porušení	24
5.1	<i>Zkušební metody stanovení odolnosti proti SCG</i>	<i>24</i>
5.1.1	Hydrostatický tlakový test	25
5.1.2	NPT test	25
5.1.3	PENT test	26
5.1.4	FNCT test	26
5.1.5	Alternativní zkouška metodou J–R křivky	28
5.1.6	Alternativní zkoušky vycházející ze standardní tahové zkoušky	29
5.2	<i>Zkušební metody stanovení odolnosti proti RCP</i>	<i>30</i>
5.2.1	Robertsonův test	30
5.2.2	FST test	31
5.2.3	S4 test	31
5.2.4	PSI test	33
5.2.5	Převrácený Charpyho test	34
5.2.6	HSDT test	34

6	Základní lomové mechanické parametry	35
6.1	<i>Kriteria stability trhliny zavedené LELM</i>	35
6.1.1	Podmínky platnosti LELM.....	36
6.2	<i>Kriteria stability trhliny zavedené EPLM</i>	36
6.3	<i>Specifické chování plastů.....</i>	36
7	Cíle práce	38
8	Metodika experimentů	39
8.1	<i>Experimentální metody použité pro hodnocení nativních trubkových typů HDPE.....</i>	39
8.1.1	Hodnocení molekulární struktury	40
8.1.2	Hodnocení nadmolekulární struktury.....	42
8.1.3	Hodnocení základních fyzikálních a mechanických vlastností	43
8.2	<i>Experimentální metody použité pro hodnocení komerčně vyráběných vícevrstvých trubek ...</i>	44
9	Výsledky experimentů a jejich diskuse.....	45
9.1	<i>Nativní trubkové typy HDPE</i>	45
9.1.1	Charakterizace z hlediska molekulární struktury	46
9.1.2	Charakterizace z hlediska nadmolekulární struktury	54
9.1.3	Charakterizace z hlediska mechanických a fyzikálních vlastností	56
9.1.4	Hodnocení z hlediska pomalého šíření trhliny (SCG).....	60
9.1.5	Hodnocení z hlediska rychlého šíření trhliny (RCP).....	66
9.2	<i>Monovrstvé trubky připravené z provozních typů HDPE</i>	72
9.3	<i>Vícevrstvé trubky</i>	73
9.3.1	Experimentální materiál a jeho vlastnosti	73
9.3.2	Vzorky pro experimentální hodnocení lomového chování vícevrstvých trubek	75
9.3.3	Numerický model experimentálních trubek a zkušebních těles	79
9.3.4	Hodnocení lomového chování na základě dynamické lomové houževnatosti K_{ICd}	84
9.3.5	Hodnocení lomového chování na základě stanovení J-R křivky.....	89
10	Diskuse výsledků	100
10.1	<i>Vliv zpracovatelských podmínek na vnitřní strukturu nativních materiálů.....</i>	100
10.2	<i>Hodnocení vícevrstvých trubek na základě parametrů LELM a EPLM.....</i>	103
10.2.1	Hodnocení na základě dynamické lomové houževnatosti K_{ICd}	104
10.2.2	Hodnocení na základě J-R křivky.....	105
11	Závěry	107
12	Literatura.....	109
13	Publikace autora.....	119
14	Seznam použitých zkratk a symbolů.....	121

1 Úvod

Syntetické polymery se používají již déle než 100 let. Výraz polymer poprvé použil Jöns J. Berzelius v roce 1832. První uměle vyrobený polymerní materiál byl Celuloid, který roku 1856 připravil odpařováním roztoku nitrocelulózy Angličan Alexander Parkes. Parkes tento materiál pojmenoval Parkesin a představil ho na průmyslové výstavě konané v roce 1862 v Londýně. O další rozvoj celulóidu se po roce 1869 zasloužil Američan John Wesley Hyatt, který tento materiál připravil reakcí nitrocelulózy s kafrem. Další materiály na sebe nenechaly dlouho čekat. V roce 1872 Němec Eugen Baumann připravil první polyvinylchlorid (PVC), který však našel uplatnění až během 2. světové války poté, co Waldo Semon objevil roku 1926 jeho měkkčenou formu (PVC-P). Další významný materiál získal roku 1909 reakcí fenolové pryskyřice s formaldehydem Belgičan Leo Hendrik Baekeland. Jednalo se o Bakelit, který našel široké uplatnění jako izolátor v elektrotechnice. V roce 1934 Američan Wallace Hume Carothers připravil vlákna z polyamidu (PA66), který byl pokřtěn obchodním názvem Nylon [1]. Roku 1938 R. Gibson a E. Fawcett připravili první nízkohustotní polyetylen (LDPE). Vysokohustotní forma polyetylenu (HDPE) byla získána až v letech 1952-1953 po objevení Zieglerových katalyzátorů

Od 60. let minulého století se některé typy polymerů, zejména termoplastů, začínají prosazovat také v oblasti, která je jedním z pilířů naší civilizace. Jedná se o rozvoje plyných a kapalných médií. Tradiční materiály jako ocel, litina a keramika, začaly být postupně nahrazovány polymerními materiály. Mezi lety 1998 až 2003 došlo k významnému obratu na Evropském trhu s trubkami. Během této doby vzrostl podíl plastových trubek na trhu ze 44 % na 54 % a plastové trubky se staly lídrem v tomto odvětví. Stále však zůstává řada oblastí ve kterých bychom se bez tradičních materiálů neobešli. Jedná se zejména o tlaková potrubí malého průměru s vysokými tlaky a potrubí extrémně velkých průměrů [2]. Nejvýznamnější polymerní materiály používané pro výrobu plastových trubek jsou polyvinylchlorid (PVC) a materiály patřící do skupiny polyolefinů, z nichž se v tomto odvětví nejvíce prosazuje vysokohustotní polyetylen (HDPE).

Mezi výhody plastových trubek oproti tradičním materiálům patří odolnost proti korozi, chemikáliím a mikroorganismům. Dále pak možnost, vyrobit materiál podle daných požadavků, zamezení úniků přenášených médií a zejména dlouhá životnost a nižší náklady na dopravu, instalaci a údržbu potrubí. Životnost potrubí, v případě nejnovějších typů polyetylenu, může být na základě provedených zkoušek až 100 let. Dlouhá životnost je ovšem zaručována jen v případě, kdy jsou trubky zatěžovány pouze vnitřním přetlakem. V praxi existují v podstatě dva typy mezních stavů, které omezují životnost plastových potrubí a to křehký lom po dlouhé době provozu, probíhající mechanismem pomalého šíření trhliny (SCG), a rychlé šíření trhliny (RCG). Odolnost proti uvedeným mezním stavům tvoří základní kritérium pro výběr materiálu na potrubní aplikace. Na základě přístupu lomové mechaniky existuje několik zkoušek, kterými můžeme hodnotit odolnost jak nativního materiálu tak i trubky z hlediska pomalého i rychlého šíření trhliny [3].

V poslední době se v oblasti plastových trubek objevuje celá řada novinek, které se týkají nejenom výrobních zařízení a postupů, ale i způsobů pokládky potrubí, jeho svařování a zejména samotných materiálů používaných na potrubí. Zvyšování požadavků na trubky z polyetylenu vedlo k vývoji nových materiálů s vyššími houževnatostními parametry, jako je bimodální typ HDPE (PE100) nebo zesíťovaný

HDPE (PE-X). Nejnovějším typem HDPE materiálu posledních let je PE 100RC se zvýšenou odolností vůči meznímu stavu pomalého šíření trhliny (SCG). Dále se v posledních letech v oblasti potrubních systémů stále více prosazují vícevrstvé trubky. Důvodem jejich vývoje bylo zlepšit parciálně profil vlastností trubek z nezesíťovaného polyetylénu kombinací s jinými materiály. Výsledkem tohoto vývoje jsou v podstatě dva typy trubek. Jedná se o trubky s rozměrově připočitatelným ochranným pláštěm a trubky s integrovanou ochrannou vrstvou [4].

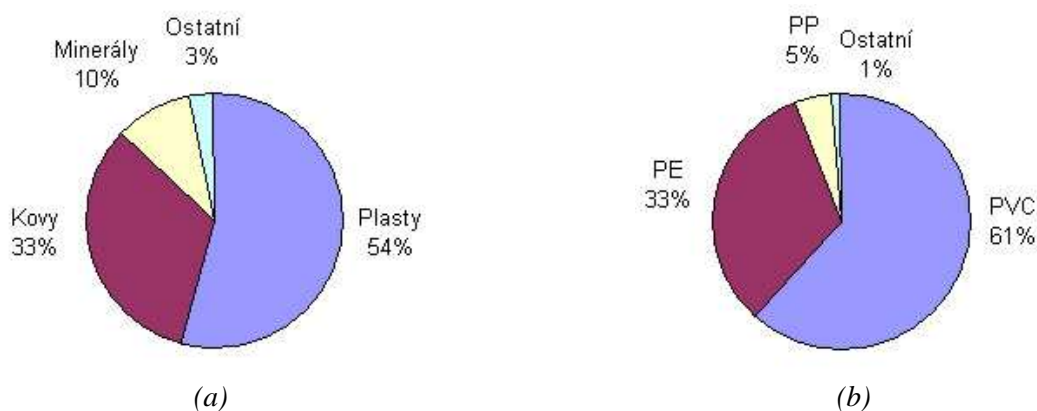
Předkládaná práce se skládá ze dvou částí. V první části byla provedena podrobná rešerše současného stavu studovaného problému se zaměřením na trubkové materiály, parametry určující lomové chování trubek, mezní stavy trubek a metodiky stanovení odolnosti trubkových materiálů vůči SCG a RCP. V experimentální části byly uvedeny a diskutovány výsledky zkoušek provedených na zkušebních tělesech odebraných z vícevrstvých trubek. Konkrétně z dvouvrstvé trubky GEROfit-R s připočitatelným ochranným pláštěm (PE 100 SDR11 PN16 s ochrannou PPH vrstvou) a třívrstvé trubky Wavin TS s integrovanou ochranou vrstvou (PE100 SDR11 PN16 s integrovanou ochranou vrstvou XSC50). Dále bylo provedeno hodnocení vlivu relevantních strukturních parametrů na lomové chování nativních trubkových typů vysokohustotního polyetylénu.

2 Používané materiály v oblasti plastových trubek

Plasty si v posledních 15 letech vydobýly výsadní pozici v oblasti trubkových aplikací. Zatímco v roce 1998 činil jejich podíl na trhu s trubkami 44 %, o pět let později, v roce 2003 byl již 54 % (obr. 1a). Trh s plastovým potrubím je ovládán dvěma typy materiálů. Jedná se o polyvinylchlorid (PVC) a polyolefiny. Do skupiny polyolefinů používaných pro tyto aplikace patří polyetylén (PE), polypropylén (PP) a polybutylen (PB). Nejvýznamnější podíl na trhu mají trubky z PVC, PE a PP (obr. 1b) [2, 5]. Méně se používají trubky z acrylonitrýl-butadién-styrenu (ABS), polybutylenu (PB), polyamidu 11 (PA11), polyvinylidenfluoridu (PVDF) a etylen-chlortrifluoretylenu (E-CTFE).

2.1 Rozdělení plastových trubek

Plastové trubky můžeme rozdělit na trubky pro tlakové a netlakové aplikace. Přibližně 66 % ze všech plastových potrubí se používá na netlakové aplikace. V obou skupinách jsou obsaženy jak trubky z jednoho materiálu (homogenní), tak potrubí vícevrstvá, která jsou tvořena ze 2 a více vrstev stejného nebo různých materiálů. Do skupiny netlakových potrubí se zařazují zejména gravitační kanalizační potrubí, odpady, drenáže a chráničky kabelů. Do skupiny tlakových potrubí pak patří rozvody vody a plynu, sanitární rozvody studené a teplé vody, tlaková kanalizační potrubí, potrubí na instalátérské aplikace a podlahové vytápění.



Obr. 1: a) Rozdělení trhu s trubkami v Evropě v roce 2003 [2], b) Podíly jednotlivých plastů na trhu s trubkami v Evropě roce 2003 [2]

2.2 Typy trubkových materiálů

2.2.1 Polyvinylchlorid (PVC)

PVC se používá v potrubních systémech již více než 60 let. Mezi výhody tohoto materiálu patří zejména nízká cena, životnost a pevnost. Slabou stránkou tohoto materiálu je vysoký obsah chloru (56 %), a tedy jeho nešetrnost k životnímu prostředí. Přestože přepokládaná životnost trubek z tohoto materiálu je 50 let, poslední výpočty predikují životnost až 100 let [4, 6].

PVC nachází uplatnění v oblasti odpadních a kanalizačních potrubí, odkud vytlačuje tradiční keramiku. Dále se uplatňuje v drenážních a beztlakých, popřípadě nízkotlakých potrubních systémech pro rozvod plynu a vody. Vývoj v posledních letech přináší celou řadu inovací v oblasti trubek z PVC. Jedná se například o vícevrstvé a žebrované trubky, trubky transparentní, chlorované trubky PVC-C, trubky s napěněným jádrem, molekulárně orientované trubky a trubky plněné, které i při vysokém stupni naplnění mají dobré mechanické vlastnosti [6].

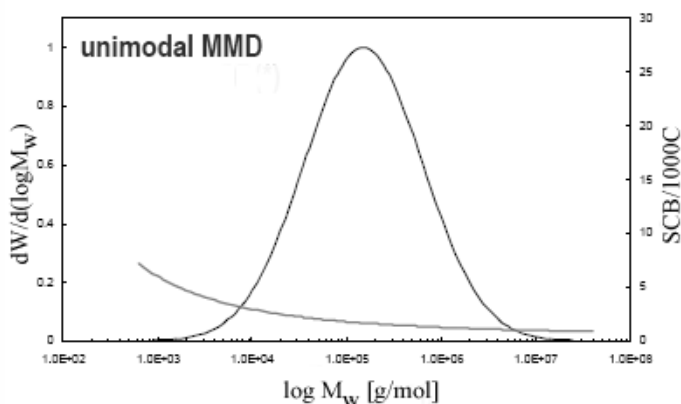
2.2.2 Polyetylén (PE)

Druhý nejvýznamnější materiál používaný pro výrobu plastových potrubí, jak v Evropě tak i v USA, je vysokohustotní polyetylén (HDPE). Spotřeba HDPE bude růst zejména v aplikacích jako jsou tlakové rozvody plynu a vody, chráničky elektrických a telekomunikačních kabelů a žebrované trubky pro kanalizační potrubí a drenáže [4, 5, 7].

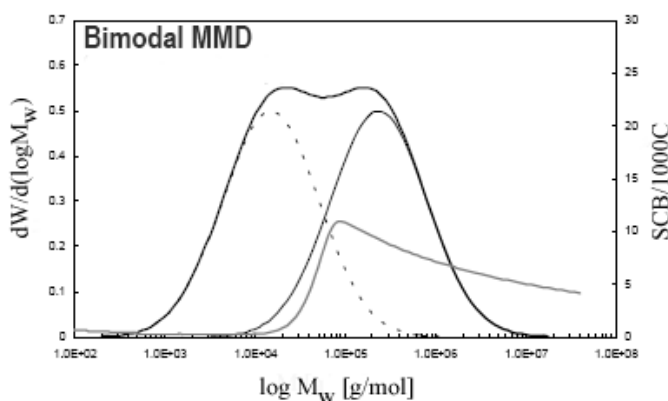
PE se jako hlavní a nejrozšířenější polyolefinový materiál používá pro výrobu trubek a rozvodů již nejméně 45 let. Důvodem dlouhodobé a úspěšné aplikace tohoto materiálu jsou především jeho dobré vlastnosti, mezi něž patří: flexibilita, houževnatost, nízká hmotnost, pevnost, korozní odolnost, chemická odolnost, dlouhá životnost, odolnost proti UV záření, trvalá těsnost, vysoká odolnost proti otěru, vysoká mechanická odolnost a možnost vyrobit materiál podle daných požadavků. Trubky z HDPE jsou vhodné pro bezvýkopové způsoby pokládky jak nových, tak i při renovaci starých potrubí. Uvedený způsob aplikace potrubí znamená úsporu celkových nákladů o 25 % až 30 % [4, 5, 8].

Trubkové typy HDPE můžeme podle jejich minimální dlouhodobé požadované pevnosti MRS (kap. 2.3.2) rozdělit do tří skupin. Koncem 50. let minulého století nastupuje první generace trubkových typů HDPE, která má hodnotu MRS 6,3 MPa. Materiály patřící do této skupiny jsou označovány PE63. Druhá generace trubkových HDPE se objevuje koncem 70. let minulého století. Materiály patřící do této skupiny bývají označovány PE80 a mají hodnotu MRS 8,0 MPa. Zvýšení minimální dlouhodobé požadované pevnosti u těchto materiálů otevřelo pro trubkové HDPE řadu nových aplikačních možností (vyšší provozní tlak, nižší tloušťka stěn, větší průměry trubek). Zatím posledním krokem ve vývoji trubkových HDPE je jejich třetí generace, která bývá označována jako PE100. Tento materiál je charakteristický opět vyšší tlakovou odolností (MRS 10 MPa), která je navíc směřována tak, že rozdíl mezi trubkou z tohoto materiálu a konstrukčně shodnou trubkou z materiálů předchozích generací odpovídá rozdílům mezi normovanými rozměrovými a tlakovými řadami trubek (tab. 2, kap. 2.3.5). To znamená, že geometrie dosavadních vytlačovacích zařízení bez dalších úprav vyhovuje výrobě normovaných trubek z PE100. Důsledkem je posílení pozice PE v oblasti tlakových trubek. První PE100 byl připraven firmou SOLVAY v roce 1988. Zatímco materiály PE63 a PE80 mají unimodální (obr. 2) distribuci molekulových hmotností, třetí generace HDPE má díky speciálnímu kaskádovému procesu výroby distribuci molekulových hmotností bimodální (obr. 3). Díky této unikátní distribuci molekulových hmotností má bimodální typ HDPE významně lepší úroveň tuhosti, houževnatosti, pevnosti a odolnosti proti RCP ve srovnání s materiály první a druhé generace. Umístění bočních větví ve vysokomolekulárních podílech materiálu dává bimodálním typům HDPE vysokou odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG). V případě materiálů třetí generace připadá v úvahu již i využití pro vodovodní řady

nebo transportní vodovody pracující při tlaku 16–20 bar. Další výhodou je snížení nutné tloušťky stěny a možnost výroby HDPE trubek až o průměru 1000 mm. V současnosti se na trhu začínají objevovat trubkové HDPE materiály s označením PE125, které mají MRS 12,5 MPa [5, 7, 8].



Obr. 2: Záznam z gelové permeační chromatografie (GPC) pro unimodální typ HDPE [9]



Obr. 3: Záznam z gelové permeační chromatografie (GPC) pro bimodální typ HDPE [9]

Vývoj u HDPE potrubí směřuje k zvyšování tlakové kapacity a kapacity propustnosti, zajištění odolnosti proti rychlému šíření trhliny (RCP) u trubek s velkým průměrem a tlakem 2 bary, vývoji technik zastavení plynu a prací pod tlakem u potrubí s velkým průměrem. Nový bimodální HDPE může být použit také jako ochranný plášť pro ocelová potrubí při provozu za zvýšených teplot a jako ochrana proti korozi. Další novinkou poslední doby jsou polyetylény se zvýšenou odolností proti vysoké teplotě (PE-RT), jedná se o kopolymery etylénu s oktenem, které se vyznačují unikátní molekulární strukturou s kontrolovanou distribucí bočních větví. Výhodou je, že vysoké teplotní odolnosti bylo dosaženo i bez síťování, které se provádí v případě síťovaných polyetylénů (PE-X). HDPE se v posledních letech stále více uplatňuje také v oblasti vícevrstvých trubek (kap. 2.2.11) [4, 8]. Poslední novinkou v oblasti materiálů HDPE je materiál s označením PE 100RC. Tento materiál vykazuje stejně jako materiály PE100 velmi dobrou odolnost proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny (RCP), ale navíc také výrazně vyšší odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG) a proti vzniku únavových trhlin vznikajících v důsledku bodového zatížení.

2.2.3 Zesíťovaný polyetylén (PE-X)

Zvyšování požadavků na trubky z polyolefinů vedlo, k vývoji materiálů s vyššími houževnatostními parametry. V oblasti HDPE byly mimo bimodálního PE 100 vyvinuty také trubky ze síťovaného PE (PE-Xa, PE-Xb, PE-Xc). K prvnímu praktickému využití PE-X zesíťovanému peroxidem (PE-Xa) došlo v roce 1972 na Olympiádě v Mnichově, kde z tohoto materiálu bylo vyrobeno podlahové vytápění sportovišť. V roce 1988 začal být PE-X používán i pro rozvody plynu a vody.

Zesíťováním přestává být materiál termoplastickým materiálem (přestává být tavný). Spojuje dobré vlastnosti termoplastu a elastomeru, proto je také označován jako termoelastický. Struktura PE-X materiálů se skládá ze dvou různých oblastí. První je tvořena navzájem pospojovanými molekulami, které tvoří prostorovou síť. Zesíťovaná struktura se nazývá gel fáze a zabírá více než 60 % PE-X materiálu. Druhá, menší část, která je tvořena z diskretních navzájem nepospojovaných molekul se nazývá sol fáze. Zesíťování molekul (gel fáze) může být provedeno metodou chemickou nebo fyzikální. Chemické metody se uplatňují již během extruze trubky, fyzikální až po její extruzi [4, 10, 11].

Jednotlivé PE-X materiály se označují podle způsobu jakým dochází k jejich zesíťování. Trubky PE-Xa (síťování peroxidem) se vyrábějí na základě metody Thomase Engela, která byla patentována již před více než 30 lety. Při výrobě PE-Xa dochází za působení vysokých teplot k rozpadu peroxidu na volné radikály, které následně trhají vodíkové molekuly PE řetězců. Dochází ke vzniku příčných vazeb mezi řetězcí (C–C) a tedy k zesíťování struktury. Při tomto procesu dochází k tvorbě polymerní sítě v roztaveném stavu. Uvedené procesy probíhají při extruzi trubky. Polymerní síť následně omezuje krystalizaci fáze sol, takže morfologie před roztavením a síťováním je odlišná od výsledné morfologie síťovaného PE-X [8, 10, 12].

Tvorba PE-Xb (síťování silanem) probíhá na rozdíl od zbývajících dvou zmíněných procesů dvou fázově. V první fázi je na PE molekulu naroubován vinyl silicon hydrid (silan). Při extruzi je do směsi přidán peroxid, který slouží jako iniciátor reakce. Druhá fáze, při které dochází k síťování, probíhá až po extruzi trubky za současného působení H₂O a teploty. K reakci dochází v páře, nebo horké vodě za přítomnosti katalyzátoru, kdy jsou příčné vazby tvořeny silanovými můstky ze siloxanových skupin [12].

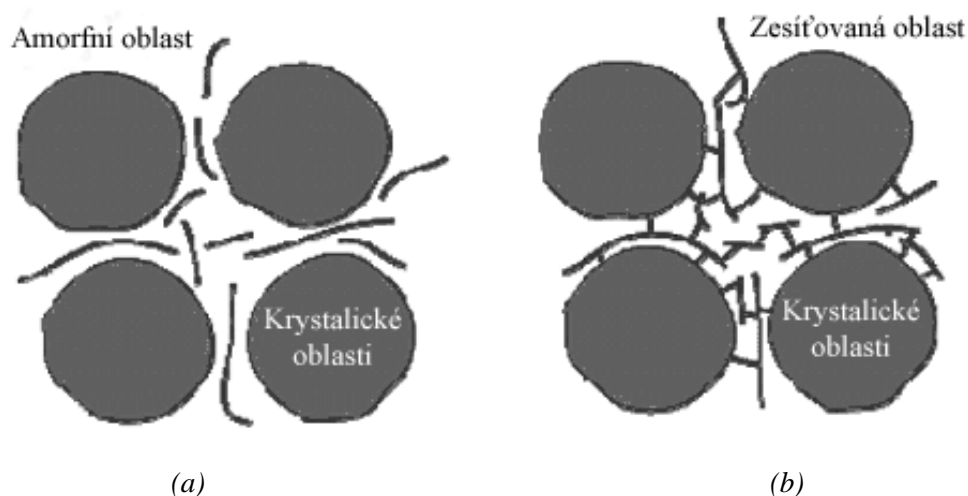
Radiační síťování se používá na optimalizaci vlastností plastových dílů již 50 let. Materiál s označením PE-Xc vzniká po extruzi nejčastěji elektro-magnetickým ozařováním již vyrobené trubky (γ záření) nebo vysokoenergetickým elektronovým svazkem produkovaným urychlovačem elektronů (β záření). Dochází k vyražení vodíkových atomů z řetězce PE a k následné tvorbě vazby mezi dvěma nenasycenými atomu uhlíku (C–C). Protože k tomuto způsobu přípravy PE-X materiálu dochází při pokojové teplotě, nastává zesíťování pouze v amorfních oblastech PE a výsledná morfologie PE-Xc se od té původní neliší. Přehled používaných síťovacích metod je uveden v tab. 1 [13, 14, 15, 16].

Tab. 1: Přehled způsobů zesíťování PE

Materiál trubky	Minimální stupeň zesíťování [%]	Způsob zesíťování		
		fyzikální		chemický
PE-Xa	75			Peroxid
PE-Xb	65			Silikon hydrid
PE-Xc	60	β - záření	γ - záření	

Unikátní struktura (obr. 4), která je tvořena krystalickými oblastmi spojenými trojrozměrnou prostorovou sítí, dává PE-X materiálům celou řadu vynikajících vlastností. Výborná odolnost proti pomalému (SCG) a rychlému (RCP) šíření trhliny předurčuje tento materiál pro speciální aplikace při obtížných podmínkách. Mezi další dobré vlastnosti PE-X materiálu patří schopnost znovunabytí svého tvaru po deformaci – efekt tvarové paměti, vyšší provozní teplota (až 95 °C), odolnost proti korozi za napětí, vrubová odolnost, odolnost proti poškrábání, odolnost proti bodovému zatížení a odolnost proti stárnutí [4, 10, 15].

Odolnost proti mechanickým, tepelným a chemickým zátěžím umožňuje úspěšné použití tohoto materiálu v rozvodech vody a plynu uložených do země, sanitárních rozvodech teplé a studené vody, odpadech, podlahových vytápěních, instalatérských aplikacích, tlakových kanalizacích a dálkových teplovodních sítích. Trubky z těchto materiálů jsou vhodné i pro bezvýkopové způsoby pokládky. Uvedené materiály jsou díky svojí vysoké odolnosti proti korozi za napětí a hodnotě dlouhodobé pevnosti vhodné pro vnitřní části vícevrstvých trubek. Trubky z PE-X bývají opatřovány ochrannou vrstvou z HDPE, která je chrání proti UV záření [2, 4, 8, 10, 13, 15].



Obr. 4: Schéma materiálu před (a) a po zesíťování (b) [15]

2.2.4 Polypropylen (PP)

PP trubky se tradičně používají zejména v beztlakých aplikacích kde se využívá jejich vysoká tuhost a nízká hmotnost. Oblast použití PP trubek byla omezena zejména nízkou hodnotou rázové odolnosti za snížených teplot a špatnou atmosférickou odolností. Vhodnými modifikacemi se podařilo tyto nedostatky odstranit a PP je v současné době používán na vnitřní a vnější kanalizační potrubí, drenáže, sanitární rozvody studené i teplé vody, podlahová vytápění, instalatérské aplikace a vícevrstvé trubky. Pro výrobu plastových trubek se používá polypropylen ve formě homopolymery (PP-H), statistického kopolymeru (PP-R) a blokovaného kopolymeru (PP-B) [4, 17].

Homopolymer polypropylenu (PP-H)

Trubky z PP-H našly první uplatnění v netlakových aplikacích jako jsou domovní odpady a splašková kanalizace. Během posledních několika let se při přípravě PP-H začala používat beta nukleace, čímž bylo docíleno zjemnění sferolitické struktury ve stěně trubky. Trubky z beta PP-H mají proti původním trubkám z PP-H zvýšenou rázovou odolnost i při snížených teplotách, což umožňuje jejich použití v průmyslových tlakových potrubních systémech [17].

Statistický kopolymer polypropylenu (PP-R)

PP-R vzniká polymerací propylenu za přítomnosti katalyzátoru, středních teplot a tlaků. Etylen se používá jako komonomer, který se začleňuje náhodně do polymerních řetězců. Charakteristická je jeho dlouhodobá tlaková odolnost při zvýšených teplotách i odolnost proti korozi a širokému spektru pH přepravované vody. Je tedy konkurenceschopným materiálem pro sanitární rozvody teplé i studené vody, podlahové vytápění, instalátérské aplikace a průmyslové systémy. V poslední době se na trhu objevují beta nukleované PP-R (Beta PP-R), které mají zvýšenou dlouhodobou pevnost a mohou být použity pro menší trubky s tenčí stěnou [2, 17].

Blokový kopolymer polypropylenu (PP-B)

PP-B má ze všech trubkových typů PP nejvyšší tuhost a odolnost proti rázovému zatížení. Používá se zejména na netlakové aplikace jako jsou odpadové potrubí a drenáže tam, kde je potřebná vysoká rázová odolnost i při snížených teplotách, povrchové vodovodní systémy, chráničky kabelů, vícevrstvé a žebrované trubky a izolace ocelových potrubních systémů podmořských ropných polí. V roce 1998 byla uvedena na trh nová generace tuhých PP-B, se strukturou tvořenou z vysoce krystalické PP-H matrice a etylen/propylen jemně dispergované fáze. Vyvážený poměr tuhosti a rázové odolnosti tohoto materiálu, umožňuje vyrábět trubky s tenčí stěnou, čímž dochází k snížení jejich hmotnosti a tedy i nákladů na instalaci potrubí [17, 18, 19].

Modifikované PP materiály

Přidáním různých typů plniv (modifikací) docílíme zlepšení vlastností PP. Plniva s vyšší hustotou (Fe_3O_4) zlepšují tlumící schopnost PP potrubí. Tuhost potrubí zvýšíme přidáním minerálních plniv (masek) nebo skelných vláken a napěněním PP snížíme hmotnost trubky [17].

2.2.5 Polybutylen (PB-1)

PB-1 patří stejně jako PE a PP do skupiny trubkových polyolefinů. Příchod nových technologií umožnil vývoj nové generace PB-1, která by podle MRS klasifikace byla označena jako PB 140. PB-1 má vynikající odolnost proti creepu, abrazi, chemikáliím a korozi za napětí. Uvedené vlastnosti předurčují tento materiál pro instalátérské aplikace, sanitární rozvody teplé vody a podlahové vytápění, kde konkurují trubkám ze síťovaného polyetylenu (PE-X). Mezi další výhody tohoto materiálu patří rázová odolnost za nízkých teplot, nízká tuhost a s tím spojená finanční úspora při aplikaci potrubí. Roční spotřeba trubek z PB-1 je srovnatelná se spotřebou trubek z ABS, avšak

ve srovnání s ostatními trubkovými polyolefiny (PE, PP) je jejich podíl na trhu minimální [5, 7, 20].

2.2.6 Akrylonitril–butadien–styren (ABS)

ABS je houževnatý, chemikáliím dobře odolávající materiál. Mezi jehož dobré vlastnosti dále patří tlaková odolnost i při malé tloušťce stěny, odolnost proti porušení a poškrábání i za nízkých teplot a dobrá odolnost vůči teplé vodě. Provozní teploty trubek z ABS leží v rozsahu $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $82\text{ }^{\circ}\text{C}$. Díky svým přednostem nacházejí uplatnění v průmyslových aplikacích, stejně jako v oblasti domovních odpadních a drenážních potrubí.

Přes výrazný roční růst spotřeby, zaujímají trubky z ABS pouze nepatrnou část z celkové světové spotřeby plastových potrubí [7].

2.2.7 Polyvinylidenfluorid (PVDF)

Novým směrem vývoje vinylových materiálů jsou tlakové trubky a fitinky z PVDF. Trubky z PVDF mají dobrou pevnost, odolnost proti rázovému zatížení, creepovou odolnost, atmosférickou odolnost a odolnost téměř proti všem druhům chemikálií a UV záření. Jejich provozní teplota leží v rozsahu $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Trubky z PVDF jsou vhodné pro tlakové aplikace, trubkové vystýlky, průmyslové potrubní systémy a pro transport korozních médií. Na trhu jsou k dispozici dvě modifikace těchto trubek. První vykazuje vyšší odolnost proti radikálům chloru PVDF-CL a druhou je elektricky vodivý typ PVD-EL.

2.2.8 Etylén–Chlortrifluoretylén (E-CTFE)

E-CTFE má vysokou atmosférickou odolnost, nízkou nasákavost a vysokou pružnost. Je těžko vznětlivý a fyziologicky nezávadný. Trubky z E-CTFE mohou pracovat v teplotním rozmezí $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ a jsou díky své vysoké odolnosti proti chemikáliím, stejně jako trubky z PVDF, vhodné k transportu vysoce korozních médií. Další uplatnění nachází v oblasti trubkových vystýlek a kabelových plášťů.

2.2.9 Polyamid 11 (PA-11)

Ve středotlakých a vysokotlakých rozvodech plynů (až do 13 bar) se v posledních letech začíná zkoušet možnost využití polyamidu 11. Trubky z tohoto materiálu nabízejí pevnost, korozní a tepelnou odolnost. Jednoduchá instalace trubek činí tento materiál cenově efektivní alternativou k tradičním ocelovým trubkám [21]. Instalace a údržba tohoto typu potrubí může být prováděna stejnými technologiemi a shodnými prostředky, jako se používají pro polyetylenové systémy. Potrubí z PA 11 může být na rozdíl od PE potrubí použito i v zemině kontaminované uhlovodíky což je časté v průmyslových zónách kvůli únikům uhlovodíků z podzemních zásobníků. PE v kontaktu s uhlovodíky měkne a proto se v inkriminovaných místech nyní místo PE potrubí používají ocelové segmenty [4, 22].

2.2.10 Trubky vyztužené skelnými vlákny (FRP)

FRP trubky mohou být použity jak v tlakových tak i netlakových systémech. Uplatňují se v mnoha průmyslových aplikacích včetně uskladnění a přenosu korozních médií a přepravě médií v korozním prostředí [4]. V poslední době se začínají uplatňovat i v oblasti transportu hořlavých a výbušných médií, kanalizačních a vodovodních řadech.

2.2.11 Vícevrstvé trubky (Multilayer pipes)

V poslední době se v oblasti potrubních systémů stále více prosazují vícevrstvé kompozitní trubky založené na bázi polyolefinových materiálů (PE80, PE100, PE-X, PP), které nacházejí uplatnění v celé řadě oblastí. Význam vrstev spočívá zejména v ochraně proti slunečnímu a UV záření, chemikáliím, mechanickému poškození, omezení tepelné roztažnosti, snížení koeficientu tření, snížení ceny a hmotnosti potrubí, zlepšení obvodové tuhosti a zajištění tepelné izolace potrubí.

V současné době existují dva typy, a to trubky s rozměrově připočitatelným ochranným pláštěm a trubky s rozměrově integrovanou ochrannou vrstvou. První skupina vícevrstvých trubek se vyrábí technologickým postupem, při kterém se za tepla nasune tenká ochranná vrstva na vnitřní trubku. Druhá skupina vícevrstvých trubek se vyrábí koextruzí a jednotlivé vrstvy trubky jsou k sobě vázány zapleteninami, kovalentními vazbami, co-krystalizací, vodíkovými vazbami, dipólovými vazbami nebo Van der Waalsovými silami [23].

Častým případem vícevrstvých trubek, jsou trubky, které obsahují ocelovou nebo hliníkovou bariéru (fólii). Kovová fólie omezuje tepelnou roztažnost potrubí a zvyšuje tlakovou třídu trubky. Může být perforovaná, nebo neperforovaná. Perforovaná fólie umožňuje lepší spojení mezi vnitřní a vnější plastovou částí trubky. Neperforovaná fólie slouží také jako difusní bariéra. Spojení kovové trubky s vnitřní a vnější plastovou vrstvou je zajištěno vrstvou lepidla [17].

2.3 Používané termíny, definice a zkratky

V následujícím textu uvádím nejvýznamnější definice, termíny a zkratky obsažené v normě pro plastové potrubní systémy z PE [24].

2.3.1 Potrubní řada (S)

Potrubní řada (S) představuje bezrozměrné číselné označení trubek. Vztah mezi potrubní řadou (S) a standardním rozměrovým poměrem (SDR) je vyjádřen vztahem (1).

$$S = \frac{SDR - 1}{2} \quad (1)$$

2.3.2 Nejmenší požadovaná pevnost (MRS)

Významnou charakteristikou tlakových potrubí je jejich minimální dlouhodobá požadovaná pevnost (MRS). Stanovuje se, jako hodnota obvodového napětí σ_θ ve stěně trubky, na základě hydrostatického tlakového testu definovaného normou ISO 1167 [25]. Norma uvádí, že trubky vyrobené z materiálu PE63 (1. generace), PE80 (2. generace), PE100 (3. generace) mají mít životnost 50 let při teplotě 20 °C a tlaku, který vyvolá ve stěně trubky obvodové napětí 6,3, 8 a 10 MPa. Obvodové napětí ve stěně trubky, které je vyvolané tlakem od přepravovaného média se spočítá podle vztahu (2), kde p je působící tlak od přepravovaného média, d_n je jmenovitý vnější průměr trubky a e_n je jmenovitá tloušťka stěny trubky.

$$MRS = \frac{p \cdot d_n}{2 \cdot e_n} \quad (2)$$

2.3.3 Jmenovitý přetlak (PN)

Pro potrubní systémy z plastů odpovídá číselná hodnota jmenovitého přetlaku (PN) povolenému pracovnímu přetlaku (PFA), dodávané vody při 20 °C, vyjádřeno v barech, pro nejmenší konstrukční koeficient. Normy [24, 26] pro jeho výpočet uvádí vztah (3), kde MRS je minimální dlouhodobá požadovaná pevnost, SDR je standardní rozměrový poměr a C je konstrukční koeficient.

$$PN = \frac{20 \cdot MRS}{C \cdot (SDR - 1)} \quad (3)$$

2.3.4 Standardní rozměrový poměr (SDR)

Rozměry trubek jsou definovány jejich standardním rozměrovým poměrem (SDR). Jedná se o číselné určení potrubní řady, kterým je zaokrouhlené číslo, které v podstatě určuje tlakovou řadu tlakových trubek a tuhost trubek kanalizačních. Doporučené řady jsou uvedeny v normě ISO 161-1 [27]. SDR se vypočítá na základě vztahu (4), kde d_n je jmenovitý vnější průměr trubky a e_n je jmenovitá tloušťka stěny trubky.

$$SDR = \frac{d_n}{e_n} \quad (4)$$

2.3.5 Konstrukční napětí (σ_s)

Jedná se o napětí povolené pro dané použití při teplotě 20 °C. Konstrukční napětí se pro dané použití získá podle vztahu (5), kde MRS je minimální požadovaná pevnost a C je konstrukční koeficient [26].

$$\sigma_s = \frac{MRS}{C} \quad (5)$$

Tab. 2: Vztah mezi nejvyšším provozním tlakem PN, standardním rozměrovým poměrem SDR, konstrukčním napětím σ_s a minimální dlouhodobou požadovanou pevností MRS materiálů PE80 a PE100 [28]

Materiály pro tlakové polyetylénné trubky															
Materiál	σ_s (MPa)	MRS (MPa)	C	SDR											
				41	33	27.6	26	22	21	17.6	17	13.6	11	9	7.4
PE-80	5	8	1.6	PN 2.5	PN 3.2	PN 3.8	PN 4	PN4.8	PN 5	PN 6	PN 6.3	PN 8	PN 10	PN 12.5	PN 16
PE-80	6.3	8	1.25	PN 3.2	PN 4	PN 4.7	PN 5	PN6	PN 6.3	PN 7.5	PN 8	PN 10	PN 12.5	PN 16	PN 20
PE-100	6.3	10	1.6	PN 3.2	PN 4	PN 4.7	PN 5	PN6	PN 6.3	PN 7.5	PN 8	PN 10	PN 12.5	PN 16	PN 20
PE-100	8	10	1.25	PN 4	PN 5	PN 6	PN 6.3	PN7.7	PN 8	PN 9.6	PN 10	PN 12.5	PN 16	PN 20	PN 25

2.4 Stav napjatosti ve stěně trubky

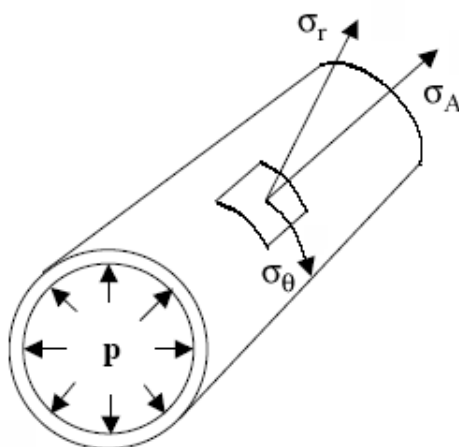
V dlouhých tenkostěnných trubkách, které jsou zatíženy vnitřním tlakem p , je napětí ve stěně trubky rozděleno do tří složek: obvodového napětí σ_θ , axiálního napětí σ_A a radiálního napětí σ_r (obr. 5). Uvedené složky napětí jsou mezi sebou spojeny následujícími vztahy:

$$\sigma_A = \nu \cdot \sigma_\theta \quad (6)$$

$$\sigma_r = -p \quad (7)$$

$$|\sigma_r| \ll \sigma_\theta \quad (8)$$

kde ν je Poissonův poměr. Radiální složku napětí σ_r můžeme zanedbat a tím dostáváme ve stěně trubky rovinný stav napjatosti. Ve stěně trubky tedy máme 2 hlavní napětí, a to axiální napětí σ_A a obvodové napětí σ_θ . Rozhodující složkou napětí pro stanovení životnosti trubky, na základě hydrostatického tlakového testu, je obvodové napětí σ_θ , které je větší než napětí axiální σ_s . Potenciální trhlinka v potrubí se potom bude šířit ve směru kolmém na maximální napětí ve stěně trubky, tedy v axiálním, nebo radiálním směru. Hodnotu obvodového napětí můžeme určit podle vztahu (2) [29].



Obr. 5: Stav napjatosti ve stěně trubky zatížené vnitřním tlakem [29]

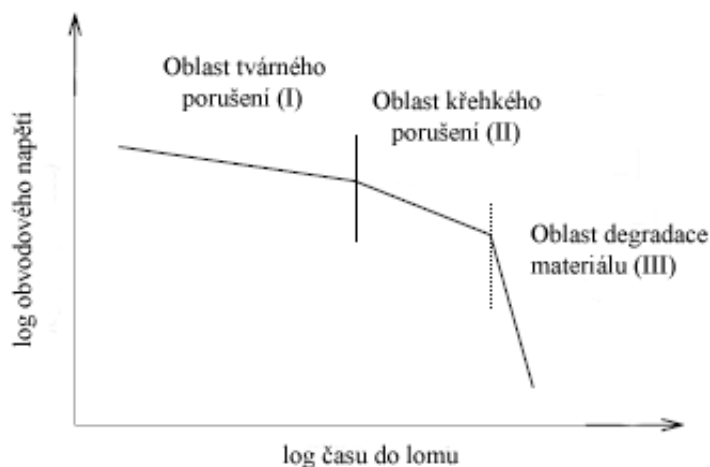
3 Mezní stavy plastových trubek

Mezním stavem je takový stav, kdy modelové těleso vyrobené z daného materiálu a podrobené mechanickému namáhání, ztrácí schopnost přenášet napětí, nebo kdy jeho deformace překročí stanovený limit [30]. V případě plastových trubek můžeme za mezní stav považovat takový stav, kdy trubka přestane plnit svoji funkci a dojde k úniku přepravovaného média.

Existují v podstatě dva mezní stavy omezující životnost HDPE potrubí. Jedná se o křehký lom po dlouhé době provozu (long time brittle failure) a rychlé šíření trhliny (rapid crack propagation – RCP) [3].

3.1 Křehký lom po dlouhé době provozu

Většina selhání tlakových HDPE potrubí nastane v důsledku křehkého lomu po dlouhé době provozu, který probíhá mechanismem pomalého šíření trhliny (slow crack growth – SCG). Uvedený mezní stav nastává při dlouhodobém působení napětí nízké hodnoty, pod mezí kluzu σ_y materiálu ($\sigma_\theta < \sigma_y$) a obvyklých provozních teplotách. Závislost obvodového napětí σ_θ HDPE trubek na času do lomu, získaná na základě hydrostatické tlakové zkoušky (ISO 1167), obvykle odpovídá schématu (obr. 6). Tři oblasti odpovídají různým mechanismům porušení, ke kterým může u HDPE trubek během dlouhodobého zatěžování vnitřním tlakem dojít [31, 32].



Obr. 6: Schéma typické závislosti obvodového napětí na času do lomu HDPE trubek [31]

- V první oblasti nastává tvárné porušení, kdy dojde k poškození trubky vydatím důsledkem hrubé plastické deformace (přetížení trubky vnitřním přetlakem).
- Ve druhé oblasti dochází ke křehkému porušení, které je finální fází mechanismu pomalého šíření trhliny (slow crack growth – SCG).
- Ve třetí oblasti probíhá chemická degradace, v důsledku které dochází k mechanickému porušení trubky. Doba do lomu je v této oblasti téměř nezávislá na velikosti obvodového napětí.

Z uvedeného je zřejmé, že o životnosti HDPE potrubí rozhoduje zejména mechanismus SCG, který způsobuje selhání součásti (trubky) po dlouhodobém působení nízkých napětí.

3.1.1 Mechanismus pomalého šíření trhliny (SCG)

Stabilní růst trhliny je lokální jev, při kterém dochází k pomalému šíření trhliny v radiálním směru přes stěnu trubky. Jedná se o dlouhodobý proces, který může trvat až několik desetiletí. První lomy způsobené tímto mechanismem byly zaznamenány v 60 letech minulého století. Mechanismus SCG se skládá ze 2 stádií – iniciace a šíření (propagace) trhliny. Obě stadia vyžadují koncentraci napětí ve stěně trubky, která může vzniknout v důsledku zatížení trubky od kombinace vnitřního tlaku v trubce se zbytkovým napětím z výroby, napětím vzniklým v průběhu instalace (bodové zatížení) a zatížením od zeminy a dopravy. K zvýšení napětí dochází v okolí koncentrátorů napětí jako jsou inherentní trhliny v trubce, vady z výroby a poškození vzniklé v důsledku manipulace s potrubím při jeho instalaci. Ve flexibilním termoplastu může dojít k relaxaci nebo redistribuci těchto napětí, avšak jakmile je jednou v materiálu iniciována trhlina, bude růst v závislosti na hnací síle a schopnosti materiálu odolávat růstu trhliny [33, 34, 35].

Iniciace trhliny

Na základě experimentů [36, 37, 38] bylo zjištěno, že okamžitě po zatížení součásti vznikne na čele koncentrátoru napětí (trhlina, vrub) deformační zóna (krejz), jejíž délka c a šířka δ je definována podle Dugdalovy teorie vztahy

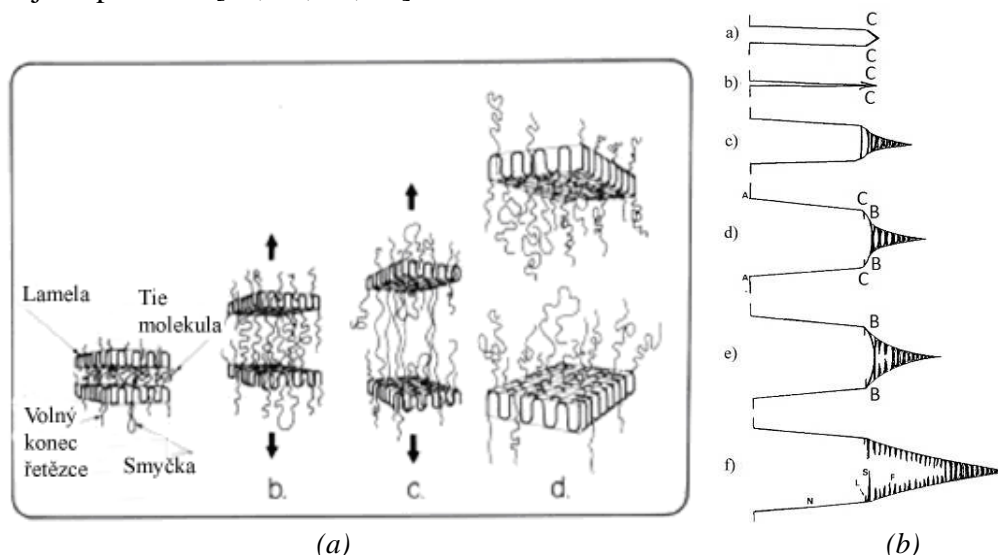
$$c = \frac{\pi}{8} \cdot \frac{K^2}{\sigma_y^2} \quad (9)$$

$$\delta = \frac{K^2}{\sigma_y \cdot E \cdot (1 - \nu^2)} \quad (10)$$

kde K je součinitel intenzity napětí, σ_y je mez kluzu materiálu, E je Youngův modul a ν je Poissonův poměr. V oblasti před čelem defektu vzniknou nejprve mikro dutiny, které následně rostou a spojují se do větších dutin. Materiál mezi dutinami je vysoce tažený a tvoří fibrily, které jsou orientovány ve směru působícího napětí a přemostují oblast krejzu (obr. 7b). V základně krejzu vznikají souvislý pevný film (film BB na obr. 7b) a vedlejší deformované zóny. Zatímco fibrilární struktura uvnitř krejzu vzniká za podmínek rovinné deformace, k tvorbě pevného filmu dochází za podmínek rovinné napjatosti. Je pevnější než fibrily, protože není rozrušen působením hydrostatické složky napětí, která působí ve vnitřní části krejzu. Vedlejší deformované oblasti jsou porézní, svírají se směrem šíření trhliny úhel 45° a vznikají v důsledku smykové složky napěťového pole. Uvedený mechanismus nastává za podmínek vysokého constraintu (rovinná deformace a hluboká ostrá trhlina), kdy je minimalizován lokální tok materiálu a je preferován vznik dutin (kavitace). Při sníženém constraintu dochází na čele trhliny k snadnějšímu toku materiálu a tedy k otupování čela trhliny [34, 35].

K iniciaci trhliny dochází ve fibrilách sousedících s pevným filmem, které jsou vlivem působícího napětí dostatečně zeslabeny (obr. 7b). Na molekulární úrovni probíhá zeslabování a následný lom fibril mechanismem rozplétání a štěpení spojovacích (tie) molekul (obr. 7a a 39). Při pomalých smykových rychlostech probíhá spíše rozplétání molekul. Naopak při náhlém dolomení fibrily dochází spíše ke štěpení molekul. Šířka fibrily při jejím porušení závisí na rychlosti deformace. Při vyšších rychlostech se budou porušovat tlustší fibrily, naopak při nižších rychlostech fibrily tenčí. Odolnost proti prodlužování nebo creepu vznikajících fibril je hlavní materiálovou vlastností určující odolnost materiálu vůči SCG. Vznik krejzu na čele

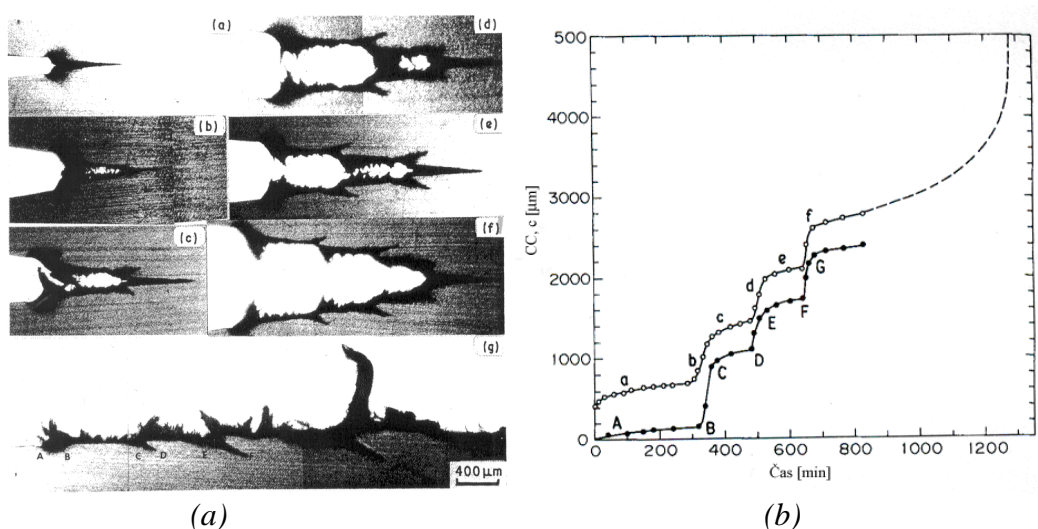
uměle připraveného defektu a následná iniciace trhliny v oblasti křezu je znázorněn na obr. 7b. Zářezem žiletky byl ve vzorku připraven ostrý vrub, na jehož čele vznikla tenká deformovaná oblast *C*, která se po vyjmutí žiletky zbortila. Po částečném zatížení součásti se na čele trhliny vytvoří křez a tenký film *CC* odpovídající deformované oblasti, která byla v kontaktu s žiletkou. Poté co součást plně zatížíme dojde k porušení filmu *CC* a v základně křezu vznikne pevný film *BB*. Iniciace lomu probíhá ve fibrilární oblasti, která přiléhá k pevnému filmu *BB*. Krátce po iniciaci trhliny dochází také k jeho porušení [33, 36, 39, 40].



Obr. 7: (a) Rozplétání tie molekul ve fibrilách [41], (b) Iniciace a růst trhliny v křezu [40]

Šíření trhliny

Krátce po iniciaci lomu dojde k porušení pevného filmu v základně křezu (obr. 7b). Trhlina roste rychle asi do vzdálenosti 2/3 délky křezu a potom se zastaví. Příčinou je růst pevnosti fibril směrem k čelu křezu. Po prodlevě, při níž probíhá růst křezu, tvorba pevného filmu a vedlejších deformačních zón, následuje iniciace trhliny a celý děj se znovu opakuje (obr. 8a). Při každém dalším poskoku urazí trhlina větší vzdálenost. Tato vzdálenost se také zvyšuje s rostoucím aplikovaným napětím a teplotou, protože čím je větší délka křezu *c*, tím větší vzdálenost může trhlina při svém poskoku urazit.



Obr. 8: (a) Mechanismus pomalého růstu trhliny (SCG) [37], (b) Závislost rozevření vrubu a přírůstku trhliny na čase [37]

Na obr. 8b je závislost délky trhliny c a rozevření v kořeni trhliny CC (obr. 7b) na době zatížení. Jednotlivé vyznačené úseky ($a-b$, $b-c$, ...) na uvedených závislostech odpovídají fotografiím okolí čela trhliny uvedeným na obr. 8a. Oblasti $A-B$ a $a-b$ na obr. 8b odpovídají vzniku křezu na čele trhliny a pevného filmu s vedlejšími deformačními zónami v jeho základně (obr. 8a - foto a, b). Poté následuje růst trhliny spojený s porušením pevného filmu (obr. 8a - foto c), kterému odpovídají oblasti $B-C$ a $b-c$ na obr. 8b. Opakováním uvedených dějů probíhá tzv. diskontinuální stabilní růst trhliny, který je považován za obecný proces, kterým u plastů probíhá SCG. Nicméně, jestliže je poskok trhliny příliš malý nebo je rychlost rozmotávání spojovacích molekul ve fibrilách příliš vysoká, nemusí být uvedený diskontinuální stabilní růst trhliny pozorovatelný [37].

3.2 Rychlé šíření trhliny (RCP)

Dalším mezním stavem ovlivňujícím životnost potrubí, který může v případě tlakových HDPE trubek nastat, je rychlé šíření trhliny (rapid crack propagation – RCP). K RCP dochází v důsledku mimořádných provozních podmínek, mezi něž patří [42]:

- rázové zatížení (náraz, tlakový ráz)
- porušení vnějšího pláště trubky (škrábance, vruby)
- nevhodné uložení potrubí (bodové zatížení)

V důsledku uvedených okolností, může v potrubí vzniknout trhlina, která je schopná nestabilního šíření ve směru osy potrubí rychlostí v řádu 100 m/s. Přestože se jedná o velmi vzácný jev, je v literatuře [43, 44] uvedena řada příkladů, které dokazují, že jeho následky mohou být velmi vážné. K nejdelšímu doposud zaznamenanému růstu trhliny v důsledku RCP došlo roku 1985 v Maďarsku. Trhlina v HDPE tlakovém potrubí průměru 315 mm dosáhla délky 700 m. Z uvedeného příkladu je zřejmé, že RCP na rozdíl od SCG není lokální jev a postihuje velkou část potrubí.

3.2.1 Lomově – mechanický přístup k RCP

Počátek studia nebezpečí vzniku RCP u polyethylenových trubek se datuje k roku 1973, kdy British Gas extrapoloval zkušenosti získané na ocelových trubkách na PE trubky a navrhl model založený na principech lomové mechaniky [43]. Odolnost materiálu proti RCP můžeme odhadnout na základě stanovení hodnoty dynamické lomové houževnatosti G_D daného materiálu, která je měřena jako funkce rychlosti trhliny během jejího ustáleného šíření [45]. Ačkoliv tento přístup není v případě polymerů kvůli jejich viskoelastickému a viskoplastickému chování tak úspěšný jako u kovů, přesto poskytuje důležité informace o odolnosti polymeru proti RCP při rázovém zatížení [46].

Průběh RCP můžeme stejně jako mechanismus SCG rozdělit na stádium iniciace a šíření trhliny. Iniciace rychlé trhliny je obtížná, avšak k jejímu šíření dochází při tlacích nižších, než jsou předepsané tlaky ve stěně trubky, zajišťující odolnost proti SCG. Navíc materiály odolné proti SCG jsou někdy náchylné k RCP. Iniciace RCP může nastat jak z defektů (koncentrátorů napětí) vzniklých v důsledku mimořádných provozních podmínek, tak i v místě pomalého šíření trhliny (SCG) [43, 47]. Při rázovém zatížení může dojít ke vzniku RCP, pokud jsou splněny následující dvě podmínky [48]:

- Náraz (ráz) musí mít dostatečnou rychlost (energii) na to aby inicioval křehkou trhlinu
- V systému musí být takový tlak, aby udržel dostatečně vysokou hnací sílu trhliny během následujícího RCP

Po iniciaci se bude trhlina šířit, nebo dojde k jejímu zastavení. Šíření trhliny je řízeno principy lomové mechaniky (Kanninen a Popelar 1985). Základní podmínka pro nestabilní růst trhliny je popsána následujícím vztahem:

$$G(a, p, d_n, SDR, E) \geq G_D(T, \dot{a}, e_n) \quad (11)$$

kde hnací síla trhliny G je funkcí délky trhliny a , tlaku plynu p , jmenovitého vnějšího průměru trubky d_n , standardního rozměrového poměru trubky SDR a tuhosti trubkového materiálu E . Dynamická lomová houževnatost G_D je materiálová charakteristika, která je funkcí teploty T , rychlosti šíření trhliny \dot{a} , a jmenovité tloušťky stěny trubky e_n . K nežádoucímu růstu trhliny konstantní rychlostí na velkou vzdálenost dochází, pokud platí $G > G_D$. V opačném případě se trhlina zastaví [47].

Na principech lomové mechaniky je založena Irwin-Cortenova analýza, která předpokládá ustálený stav, ve kterém je všechna deformační energie uložená ve stěně trubky spotřebována při šíření trhliny. Na základě zmíněné analýzy můžeme určit hodnotu tzv. kritického tlaku p_c (kap. 3.2.2) jak pro tenkostěnné trubky viz. vztah (12), tak s malými úpravami i pro trubky tlustostěnné ($SDR < 20$).

$$p_c = \frac{e_n}{d_n} \cdot \sqrt{\left(\frac{8 \cdot E^* \cdot G_D}{\pi \cdot d_n} \right)} \quad (12)$$

Ve vztahu (12) představuje e_n jmenovitý vnější průměr trubky, d_n jmenovitou tloušťku stěny trubky, E^* a G_D modul pružnosti určený při vysoké deformační rychlosti a dynamickou lomovou houževnatost daného materiálu [49, 50].

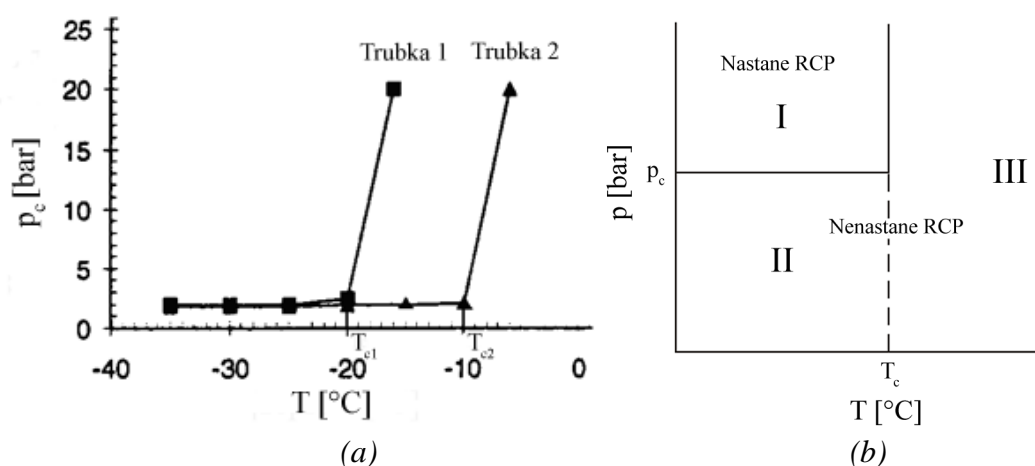
3.2.2 Přechodová (kritická) teplota T_c

Existuje pět faktorů, které určují zda RCP nastane nebo ne. Je to konkrétně povaha rázu vyvolávajícího RCP, tlak plynu, teplota, geometrie trubky a materiál trubky [51]. Odolnost extrudovaných PE tlakových trubek proti RCP prochází s rostoucí teplotou dobře definovaným přechodem mezi křehkým a houževnatým způsobem porušení. Kritická teplota T_c tohoto přechodu, je definována jako teplota nad kterou nemůže dojít při jakémkoli vnitřním tlaku k RCP v axiálním směru trubky. Pod teplotou T_c je lomová plocha hladká. Blízko T_c vzrůstá podíl tvárného porušení na lomové ploše u vnitřního povrchu trubky. Zmíněný přechod tedy můžeme definovat jako soutěž mezi dvěma mechanismy porušení ve specifickém místě (v oblasti vnitřního povrchu trubky). Při zvyšování teploty nad T_c zůstává lomová plocha v okolí vnějšího povrchu trubky hladká, avšak v oblasti vnitřního povrchu trubky je štěpný mechanismus lomu nahrazen energeticky náročnějším mechanismem tvorby smykových okrajů [52]. Proto také nad materiálově a geometricky závislou přechodovou teplotou T_c dochází k prudkému růstu kritického tlaku p_c (obr. 9a) [53, 54].

Obě výše zmíněné kritické charakteristiky se experimentálně stanovují pomocí S4 testu (Small - scale steady state test) (kap. 5.2.3). Kritický tlak p_c můžeme definovat jako nejnižší tlak v potrubí, při kterém ještě může za dané provozní teploty v trubce určité geometrie nastat RCP. Pokud je provozní teplota potrubí vyšší než T_c , nemůže dojít ke vzniku (iniciaci) RCP (obr. 9b).

Na obr. 9b je znázorněna závislost tlaku na teplotě. Vyneseme-li do obrázku hodnoty p_c a T_c můžeme názorně ukázat rozdíl mezi iniciací a šířením RCP a vazbu těchto dvou stádií RCP na uvedené kritické charakteristiky [42, 51, 55].

- Pokud je provozní tlak v trubce vyšší než kritický tlak p_c a provozní teplota je nižší než T_c , dojde v potrubí k rychlému šíření trhliny konstantní rychlostí na dlouhou vzdálenost (Oblast I). Jsou zde splněny podmínky jak pro iniciaci trhliny tak i pro její nestabilní šíření.
- Pokud je provozní tlak v trubce nižší než p_c a provozní teplota je nižší než T_c , může dojít k iniciaci trhliny. Nicméně iniciovaný lom nebude schopen dalšího růstu, protože provozní tlak je příliš nízký a není schopen zajistit dostatečnou velikost hnací síly trhliny G (Oblast II).
- V oblasti provozních teplot nad T_c RCP nenastane, protože zde není dostatečně nízká teplota potřebná pro iniciaci trhliny (Oblast III).



Obr. 9: (a) Vliv teploty na kritický tlak [54], (b) Vztah mezi kritickým tlakem a kritickou teplotou [51]

3.2.3 Termální dekohezní model

Termální dekohezní model umožňuje pro krystalické (semikrystalické) polymery stanovení dynamické lomové odolnosti G_D , jako funkce \dot{a} , nad kterou bude docházet k šíření křehké trhliny [56].

Na čele trhliny vznikne stejně jako v případě SCG procesní zóna (křejz), která je popsána Dugdale-Barenblattovým modelem (obr. 10). Kohezní napětí σ_c , působící rovnoměrně uvnitř procesní zóny brání rozevírání trhliny. Procesní zóna zároveň eliminuje fyzikálně nereálnou singularitu napětí na čele trhliny. Na základě hnací síly trhliny G můžeme s využitím vztahů (13) a (14) určit rozměry procesní zóny.

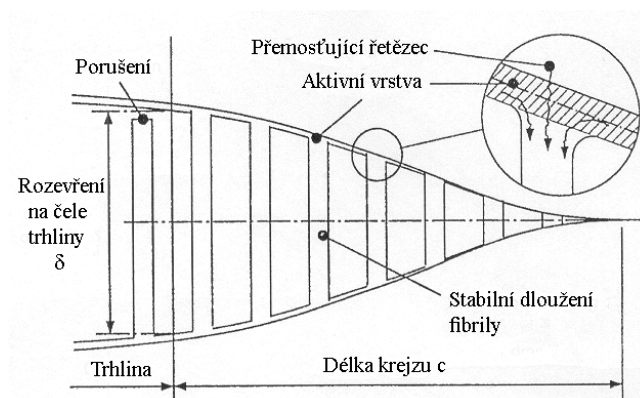
$$c = \frac{\pi}{8} \cdot \frac{E'}{\sigma_c} \cdot \delta \quad (13)$$

$$G = \sigma_c \cdot \delta \quad (14)$$

Ve vztahu (13) a (14) představuje δ rozevření na čele trhliny, c je délka křezu, σ_c je kohezní napětí působící uvnitř křezu a E' je efektivní modul pružnosti v tahu, který je pro případ rovinné napjatosti vyjádřen vztahem (15) a pro případ rovinné deformace vztahem (16) [48, 57]. Ve vztahu (15) a (16) představuje E Youngův modul pružnosti v tahu a ν je Poissonův poměr.

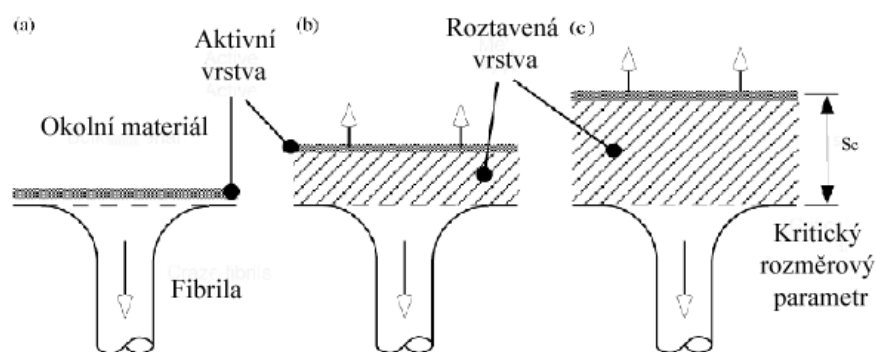
$$E' = E \quad (15)$$

$$E' = \frac{E}{(1 - \nu^2)} \quad (16)$$



Obr. 10.: Procesní zóna (křez) na čele trhliny [48]

Při zatížení roste tloušťka procesní zóny (křezu). Z okolního materiálu jsou do fibril vytahovány polymerní řetězce. Přitom dochází k deformaci a rozplétání řetězců v tenké aktivní vrstvě procesní zóny (obr. 10 a 11). Plastická práce spojená s prodlužováním fibril je rozptýlena uvnitř tenké aktivní vrstvy na rozhraní mezi procesní zónou a okolním materiálem. Část této práce se přemění v teplo (pro PE je to přibližně 80–90 %), což za určitých podmínek (dostatečná rychlost růstu tloušťky křezu $\dot{\eta}$) může vést až k adiabatickému tavení materiálu. Pokud roztavená vrstva dosáhne jisté kritické tloušťky, stává se mechanicky nestabilní a může se porušit bez dalšího energetického vstupu. Předpokládá se, že k náhlému porušení roztavené vrstvy dojde v okamžiku, kdy její tloušťka dosáhne kritické velikosti odpovídající hmotnostně střední délce polymerního řetězce daného materiálu s_w . Kritickou tloušťku roztavené vrstvy nazýváme kritický rozměrový parametr s_c .



Obr. 11.: Vznik roztavené vrstvy na rozhraní křez – okolní materiál [58]

Model byl poprvé aplikován na trubkový typ PE pro který je kritický rozměrový parametr s_c určený jako střední prodloužená délka řetězce 1-2 μm a kritickým teplotním parametrem je teplota tavení krystalické fáze T_m . Výpočty bylo potvrzeno, že teplo spotřebované na roztavení dvou vrstev tloušťky s_c je podobné energii potřebné pro oddělení stejné oblasti při RCP. Pro RCP tento model předpovídá, že odolnost G_D bude procházet přes minimum vyjádřené vztahem (17)

$$G_{D\min} = 5.415 \cdot \frac{\rho \cdot c_p \cdot (T_m - T)}{\beta} \cdot s_c \quad (17)$$

při rychlosti šíření trhliny $\dot{a} \approx 0.3 \cdot c_0$ kde

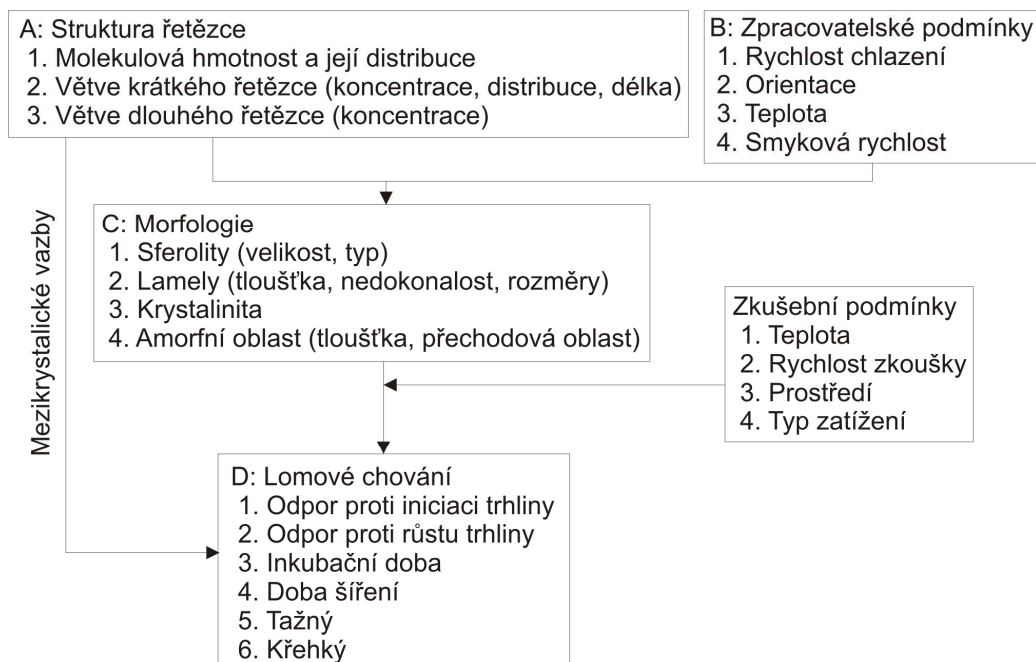
$$c_0 = 4.43 \cdot \frac{E' \cdot \rho \cdot c_p \cdot \kappa}{\beta \cdot \sigma_c^2 \cdot s_c} \cdot (T_m - T) \quad (18)$$

a σ_c je kohezní napětí v křezu, c_p je specifická tepelná kapacita, κ je tepelná difuzivita materiálu, β je množství práce přeměněné na teplo, ρ je hustota materiálu, T je teplota součásti a E' je efektivní modul pružnosti v tahu [45, 48, 50, 52, 57, 58].

Leevers zjistil [48], že existuje určitá kritická rychlost šíření trhliny \dot{a}_{\min} pod kterou probíhá šíření trhliny postupným způsobem. Pokud platí $\dot{a} > \dot{a}_{\min}$ je RCP stabilní a G_D zůstává téměř konstantní v rozsahu 3-5 kJ/m².

4 Parametry ovlivňující lomové chování trubkových materiálů

Lomové chování trubkových materiálů, a tím i jejich životnost, je ovlivňováno celou řadou parametrů. Zjednodušené schéma souboru těchto mikrostrukturních a makrostrukturních parametrů, a jejich vzájemné vazby, je znázorněno na obr. 12 [59, 60].



Obr. 12: Vliv mikro a makrostrukturních parametrů na lomové chování polyetylénu [59, 60]

Molekulová hmotnost a větvení řetězce může ovlivnit lomové chování buď přímo a to koncentrací mezikrystalických vazeb, nebo nepřímo tím, že ovlivní morfologii materiálu. Bylo zjištěno, že dominantní vliv na lomové chování polyetylénu má hodnota molekulové hmotnosti. Vyšší molekulová hmotnost zvyšuje počet mezikrystalických vazeb. Avšak významné změny v molekulové hmotnosti vedou k podstatnému ovlivnění zpracovatelských podmínek. Z tohoto důvodu jsou tyto změny omezené [59, 60, 61, 62].

Další možností, kterou můžeme docílit zlepšení lomových vlastností při minimální změně krystalického podílu (a tím tuhosti) je přidání komonomeru. Nejčastější jsou hexenové a butenové typy kopolymerů. V materiálu vzniknou oblasti s homopolymerní nebo kopolymerní frakcí. Zatímco homopolymerní frakce má vliv na tuhost materiálu, kopolymerní frakce ovlivňuje lomové chování materiálu [3, 59, 60, 61].

4.1 Rychlé šíření trhliny (RCP)

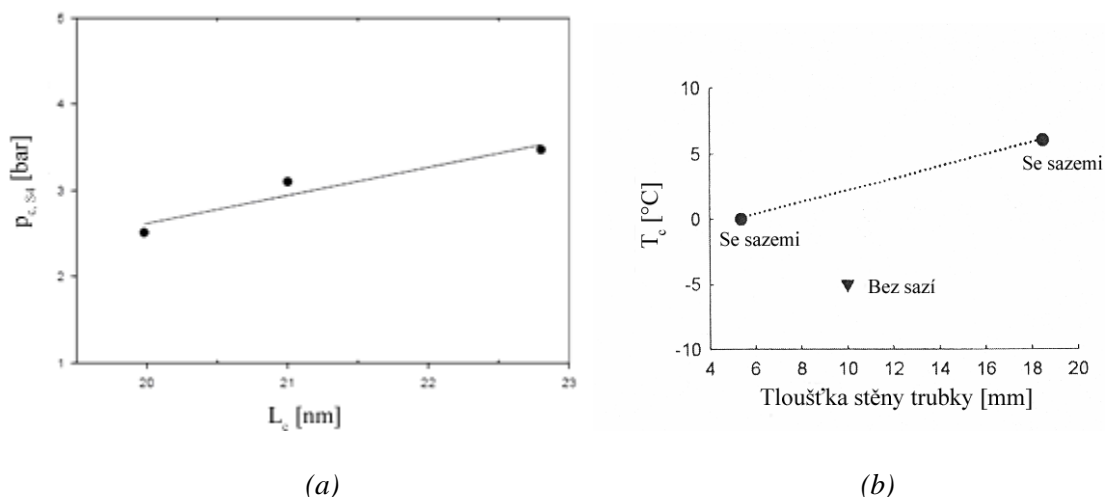
Odolnost trubkových PE proti RCP můžeme, stejně jako u mnoha dalších tvárných termoplastů, rozdělit do dvou složek:

- První souvisí s rovinnou deformací, kdy dochází ke vzniku křehkého lomu. Mechanismem porušení je tavení materiálu v důsledku adiabatického ohřevu.

Odolnost materiálu je v tomto případě určována zejména molekulovou hmotností daného materiálu [50, 63].

- Druhá složka odolnosti proti RCP je spojena s rovinnou napjatostí a tvárným porušením v oblasti vnitřního povrchu trubek. Mechanismus porušení spojený s tímto stavem napjatosti je velmi komplexní a stále nebyl plně objasněn. Nicméně se předpokládá, že je spojen se stabilitou při tvárném tažení za vysokých rychlostí, a tedy s pevností a vzájemným spojením krystalických oblastí [63].

Na základě studia velkého počtu různých typů trubkových PE [63] bylo zjištěno, že mezi parametry zvyšující odolnost materiálu proti RCP patří vysoká hodnota molekulové hmotnosti, úzká distribuce molekulových hmotností a vysoká hodnota krystalinity. Dalším parametrem, nepřímo ovlivňujícím odolnost materiálu proti RCP, je počet krátkých bočních větví (SCB) a jejich distribuce podél polymerního řetězce. Rostoucí počet krátkých bočních větví způsobuje snížení tloušťky lamel, a tím ovlivňuje morfologii materiálu. Vztah mezi tloušťkou lamely L_c a kritickým tlakem $p_{c,S4}$ stanoveným na základě S4 testu je znázorněn na obr. 13a. S rostoucí tloušťkou lamely roste hodnota kritického tlaku, tedy i odolnost materiálu proti RCP. Dále bylo zjištěno, že kopolymery založené na bázi 1-hexenu mají lepší odolnost proti RCP ve srovnání s kopolymery na bázi 1-butenu [3, 59, 60, 61].



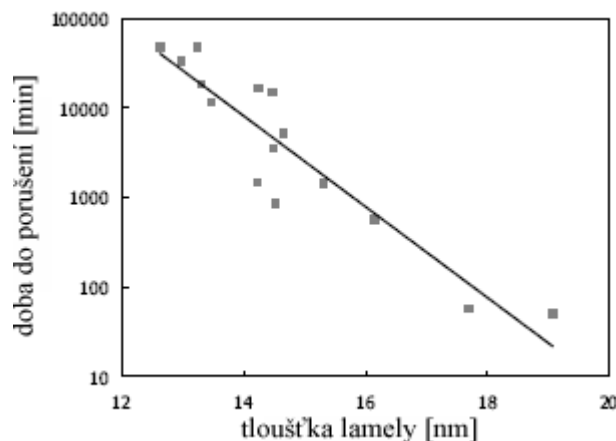
Obr. 13: (a) Závislost kritického tlaku $p_{c,S4}$ na tloušťce lamel L_c [61], (b) Vliv tloušťky stěny a přítomnosti sazí na kritickou teplotu T_c [63]

Kromě výše zmíněných parametrů, má na odolnost materiálu proti RCP významný vliv i geometrie trubky a obsah sazí. Experimentálně bylo potvrzeno [63], že vyšší přechodovou teplotu T_c mají trubky s větší tloušťkou stěny (obr. 13b). To je způsobeno tím, že u trubek s tenčí stěnou zabírá oblast rovinné napjatosti, která je odpovědná za zastavení RCP, větší podíl tloušťky stěny než v případě tlustostěnných trubek. Dále bylo zjištěno, že přítomnost sazí, které působí jako UV stabilizátor, má významně negativní vliv na odolnost materiálu proti RCP (obr. 13b).

4.2 Pomalé šíření trhliny (SCG)

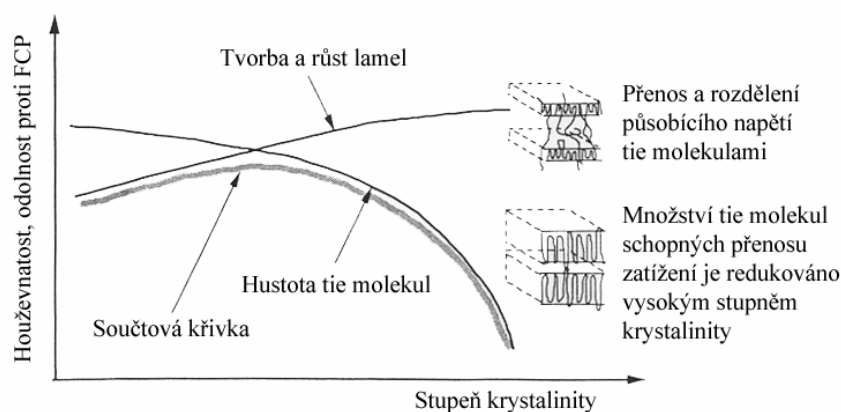
Jak již bylo výše uvedeno, k ovlivnění lomového chování může dojít nepřímo prostřednictvím vlivu krátkých větví na morfologii materiálu. Primárním morfologickým efektem krátkých větví je snížení tloušťky lamelárních krystalů, což je

spojeno s existencí většího počtu spojovacích molekul, přičemž právě rozplétání těchto molekul řídí rychlost pomalého šíření trhliny. Snížení tloušťky krystalické fáze tedy zvyšuje odpor materiálu proti stabilnímu šíření trhliny, protože současně dojde ke zvýšení hustoty spojovacích molekul, které přenášejí zatížení mezi jednotlivými lamelami. Nicméně je si třeba uvědomit, že zatímco zmenšením tloušťky lamel docílíme zvýšení odolnosti materiálu proti SCG (obr. 14), současně snížíme odolnost materiálu proti RCP (obr. 13a) [3, 59, 60, 61, 62, 64].



Obr. 14: Čas do lomu stanovený pomocí PENT testů na tělesech odebraných z trubek v závislosti na tloušťce lamel [64]

Uvedené změny v tloušťce lamel se promítnou do dalšího morfologického parametru, kterým je krystalinita materiálu. Na obr. 15 je znázorněn vliv krystalinity materiálu a hustoty spojovacích molekul na jeho houževnatost a odolnost proti šíření únavové trhliny (FCG). Přestože se tento mezní stav u trubek v provozu nevyskytuje, je pro odolnost materiálu proti FCG stejně jako v případě SCG určující hustota spojovacích molekul. Z tohoto důvodu můžeme tento obrázek využít i pro demonstraci vlivu krystalinity a hustoty spojovacích molekul na odolnost materiálu proti SCG. Levá část součtové křivky v závislosti na stupni krystalinity roste až do určité maximální hodnoty houževnatosti a odolnosti proti FCG (SCG). To je způsobeno rostoucím podílem pevnější krystalické fáze na úkor fáze amorfnní. Následný pokles je způsoben snižující se hustotou spojovacích molekul, které jsou odpovědné za přenos vnějšího zatížení mezi pevnými krystalickými lamelami [62].



Obr. 15: Vliv stupně krystalinity na houževnatost materiálu [62]

5 Metody hodnocení odolnosti trubkových materiálů a trubek proti porušení

Z výše uvedených důvodů je zřejmé, že v případě tlakových PE trubek je třeba klást velký důraz na jejich odolnost proti SCG a RCP, neboť právě tyto dva mezní stavy rozhodujícím způsobem určují jejich životnost. Byla vyvinuta řada zkoušek umožňujících hodnocení odolnosti jak nativního trubkového materiálu, tak i samotné trubky proti oběma uvedeným mezním stavům. Přehled těchto metod je obsahem následujícího textu, přičemž je podrobněji popsán princip zkušebních metod použitých v rámci experimentální části předkládané disertační práce.

V současné době je životnost jak nativních trubkových materiálů, tak i trubek hodnocena na základě dlouhodobých standardizovaných zkoušek.

5.1 Zkušební metody stanovení odolnosti proti SCG

V případě pomalého šíření trhliny (SGC) je základní zkouškou, používanou pro hodnocení plastových trubek hydrostatický tlakový test [25], jehož výsledky jsou následně extrapolovány podle normy ISO 9080 [65] na dobu 50 let. Standardní hydrostatické zkoušky si přes svoji časovou, cenovou a experimentální náročnost stále zachovávají praktický význam pro hodnocení životnosti a spolehlivosti plastových trubek. Během posledních 20 let byly vyvinuty alternativní zkušební postupy, vycházející z předpokladů lineárně elastické lomové mechaniky (LELM), které umožňují několikanásobné zkrácení doby zkoušky oproti tradičním hydrostatickým zkouškám. Zkrácení doby zkoušky může být docíleno jedním z následujících způsobů:

- Přípravou trhliny do zkušebního tělesa
- Zvýšením teploty zkoušky
- Způsobem zatěžování (např.: cyklické zatěžování)
- Působením chemicky aktivního prostředí

Řadou experimentů bylo dokázáno, že při těchto urychlených zkouškách dochází v materiálu ke stejným procesům jako po dlouhé době používání v provozu. Jsou tedy schopny simulovat chování potrubí po dlouhé době provozu a dobře korelují s výsledky hydrostatických zkoušek. Tyto zkoušky můžeme rozdělit do dvou skupin:

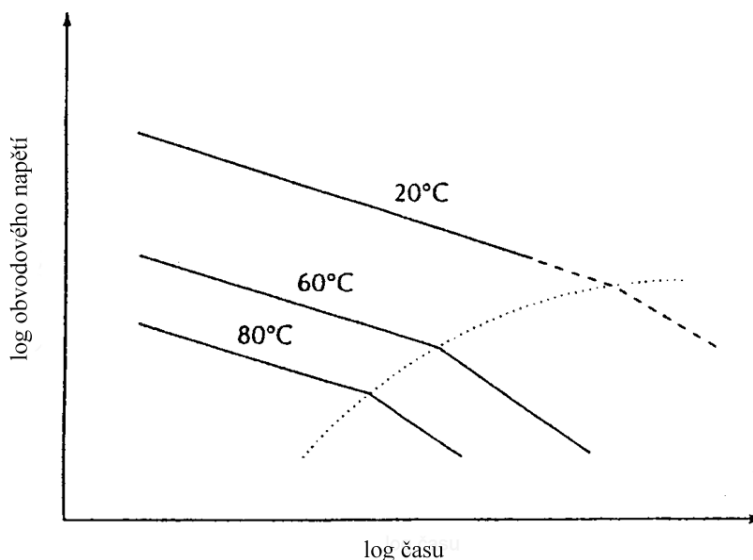
- Zkoušky na celých trubkách: NPT test (Notch pipe test – EN ISO 13479)
- Zkoušky na zkušebních tělesech: PENT test (Pennsylvania Notch Test – ISO 16241), FNCT test (Full Notch Creep Test – ISO 16770)

Z výše uvedených urychlených zkoušek byly standardizovány dvě metody, při kterých zkušební vzorky vykazují stejný typ křehkého porušení, který probíhá v potrubí po dlouhé době provozu. Jedná se o zkoušky PENT a FNCT. Tyto 2 urychlené testy umožňují odhadnout životnost materiálů PE63 a PE80 během několika desítek hodin. V případě materiálů PE100 se jedná o 100 až 1000-ce hodin a v případě nejnovějšího typu PE 100RC se jedná o 8760 hodin (1 rok). Vzhledem ke zvýšené časové náročnosti těchto urychlených zkoušek a protože ne všechna pracoviště jsou vybavena zařízeními pro uvedené typy zkoušek, jsou zvažovány další možnosti, jak vhodnou alternativní krátkodobou zkouškou posoudit kvalitu trubkových materiálů. Autoři prací [29, 66, 67]

se zaměřili na vypracování vhodné metodiky pro hodnocení kvality jak nativních trubkových materiálů, tak i trubek nasazených po nějakou dobu v provozu. Jedná se v podstatě o zkušební postupy jejichž princip vychází ze dvou obecně rozšířených standardních zkoušek, tahové zkoušky a zkoušky ohybem [68]. Do kategorie krátkodobých alternativních zkoušek můžeme také zařadit standardizovanou metodu J–R křivky (ASTM D 6068-10), která využívá parametr zavedený elasto-plastickou lomovou mechanikou (EPLM) – J integrál. Z výsledků těchto alternativních krátkodobých zkoušek lze odhadovat, zda daný materiál bude vykazovat při urychlených zkouškách vyšší nebo nižší odolnost proti SCG.

5.1.1 Hydrostatický tlakový test

Hydrostatický tlakový test je základní metoda pro určení dovoleného napětí ve stěně trubky a životnosti HDPE potrubí. Zkouška probíhá přibližně dva roky za provozní teploty zkoušeného potrubí a také při dalších dvou až třech zvýšených teplotách v rozsahu 40 – 80 °C. Následně je s využitím principů superpozice teplota – čas provedena extrapolace zjištěných dat na pokojovou teplotu a dobu 50 let [25, 31, 65].



Obr. 16: Křivky časované pevnosti a jejich extrapolace na dobu 50 let

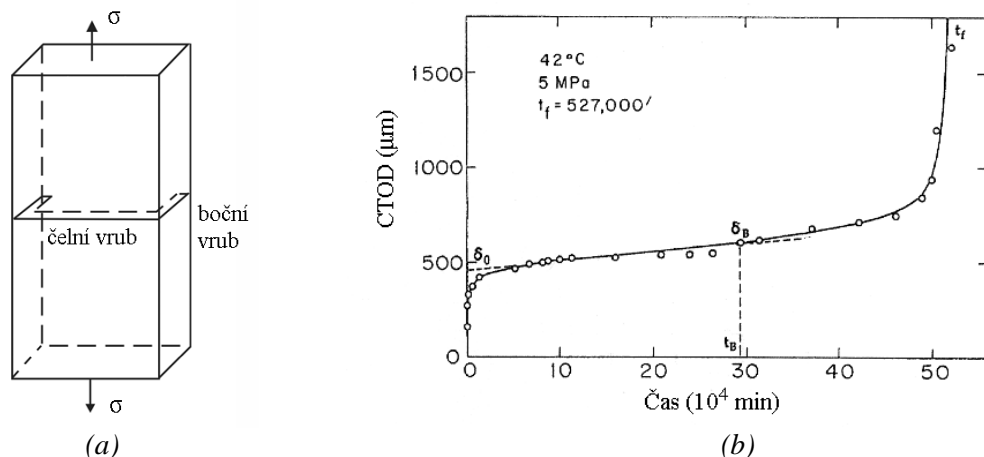
Výsledná logaritmická závislost obvodového napětí ve stěně trubky na čase do lomu (křivka časované pevnosti) je znázorněna na obr. 16. V případě vícevrstevných trubek se při stanovení dlouhodobé hydrostatické pevnosti postupuje podle standardu ISO 17456:2006 Plastics piping systems – Multilayer pipes – Determination of long-term strength [69].

5.1.2 NPT test

Zkouška umožňuje rychlé stanovení odolnosti plastových trubek proti SCG, která je vyjádřena časem do lomu t_f . Zkušební těleso ve formě segmentu trubky, které má délku minimálně $3 \times d_n$, je opatřeno po obvodu čtyřmi vruby a zatíženo vnitřním přetlakem při zvýšené teplotě 80 °C. Výsledkem zkoušky je čas do lomu t_f . Zkouška může být prováděna na zkušebních zařízeních používaných pro standardní hydrostatický tlakový test [3, 34, 35, 70, 71].

5.1.3 PENT test

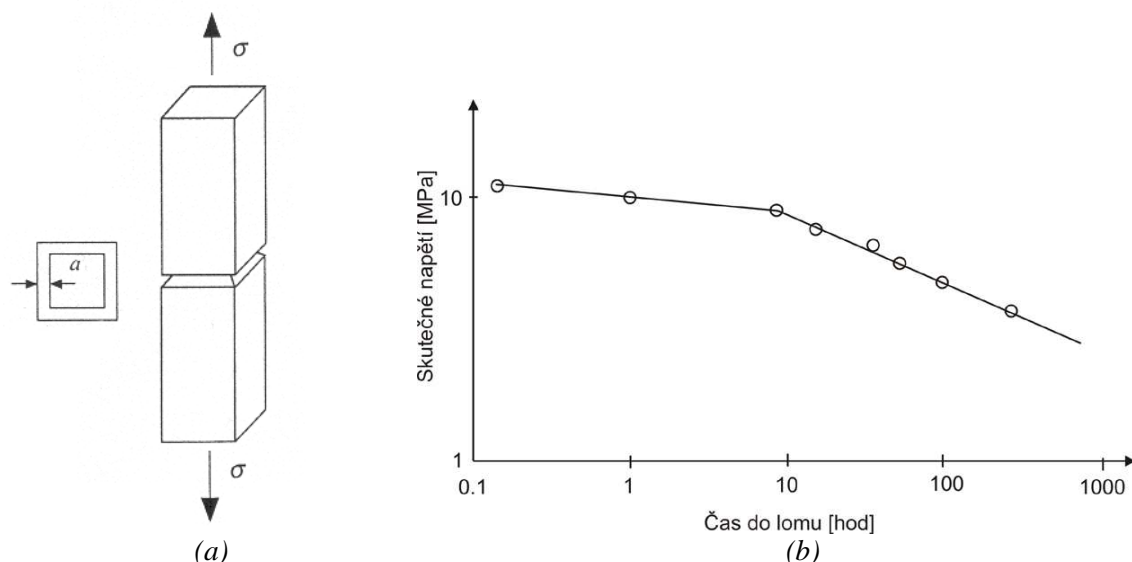
Při PENT testu, který byl zaveden N. Brownem a jeho spolupracovníky, a je převážně používán v USA, jsou zkušební tělesa (obr. 17a) za zvýšené teploty zatížena statickým tahem. Zvýšená teplota umožňuje stanovit životnost materiálu v relativně krátkém čase za podmínek, které modelují chování materiálu v trubce po dlouhé době provozu. Zvýšení teploty o 1 °C zkracuje čas do lomu o 10 %, avšak zvýšení teploty příliš nad 80 °C může vést k nežádoucí změně mechanismu porušení. Výsledkem zkoušky je závislost rozevření trhliny (COD) na čase (obr. 17b). Na základě tohoto záznamu můžeme stanovit několik parametrů, které charakterizují odolnost materiálu proti SCG. Těmito parametry jsou čas do začátku iniciace křehké trhliny t_B , rychlost šíření pomalé trhliny $d(COD)/dt$ a čas do lomu t_f . Norma umožňuje zkoušet tělesa připravená jak z lisované desky (nativní materiál), tak i z již extrudované trubky [3, 72, 73].



Obr. 17: (a) Zkušební těleso, (b) závislost CTOD na čase [74]

5.1.4 FNCT test

Odolnost PE trubek proti SCG může být stanovena také pomocí FCNT testu, který byl zaveden na základě prací Hessela a Maurera, a je rozšířen zejména v Evropě. Zkouška je prováděna na zkušebních tyčích čtvercového průřezu (obr. 18a), která mohou být připravena jak z lisovaných desek, tak i z extrudovaných trubek. Tělesa jsou opatřena obvodovým vrubem a zatěžována statickým tahem za zvýšené teploty a současného působení chemického činidla (detergentu: Igepal, Acropal). Schéma zkušebního zařízení je uvedeno na obr. 19. Teplota a detergent zde působí jako urychlující prostředky. Výsledkem této zkoušky je stanovení času do lomu t_f [3, 75]. Vzhledem k tomu, že se zkouška provádí v tenzoaktivním prostředí, nemůžeme sledovat kinetiku procesu porušování, tak jak je to možné v případě PENT testu.

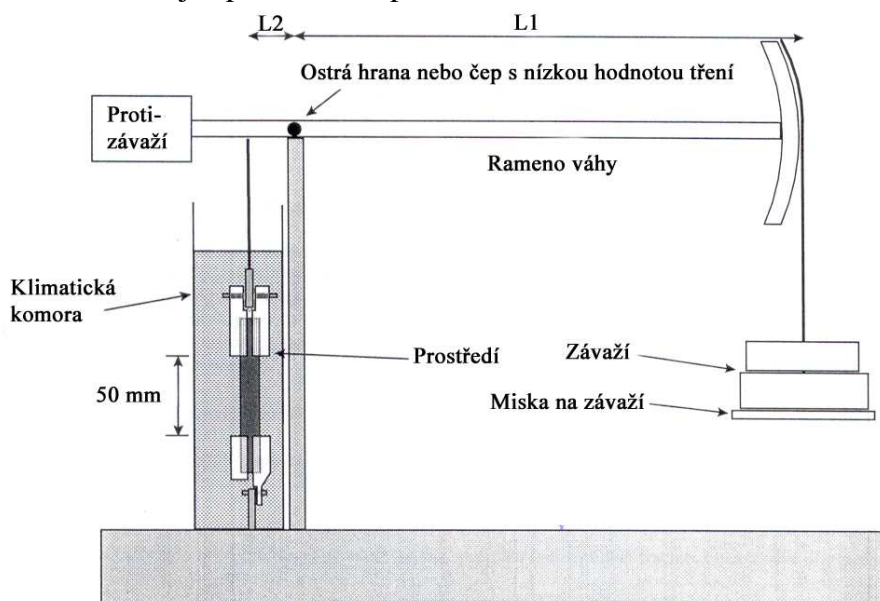


Obr. 18: (a) Zkušební těleso [76], (b) závislost skutečného napětí na času do lomu

Pro známé materiály (skupinu materiálů) se nejprve zvolí podle normy [75] vhodné zkušební napětí a teplota zkoušky, čímž zajistíme křehký mechanismus porušení zkušebního vzorku. Zkouška se provádí nejméně na 4 zkušebních tělesech, která jsou zatížena na různé nominální hodnoty napětí, ležící blízko hodnoty zvoleného zkušebního napětí. Tímto kompenzujeme variabilitu v hodnotách plochy průřezu pod vrubem (ligamentů), ke které dochází v důsledku vrubování zkušebních těles. Aktuální hodnoty aplikovaného napětí σ_L se vypočítají podle vztahu (19) a následně se vynesou do grafu $\sigma_L - t_f$. Ze získané závislosti stanovíme pro dané zkušební napětí hledaný čas do lomu.

$$\sigma_L = \frac{9,81 \cdot R \cdot M}{A_L} \quad (19)$$

Ve vztahu (19) je R poměr ramen, M je aplikovaná hmotnost v kg, A_L je plocha ligamentu v mm^2 a σ_L je aplikované napětí.



Obr. 19: Schéma zkušebního zařízení pro zkoušku FNCT [75]

V případě testování nových typů HDPE materiálů je vhodné zmapovat jeho chování v širokém rozsahu napětí a teplot (obr. 18b).

5.1.5 Alternativní zkouška metodou J–R křivky

Další zkušební metodou, která umožňuje poměrně rychlé hodnocení odolnosti trubkového materiálu nebo samotné trubky proti stabilnímu růstu trhliny je určení J-R křivky [77]. Uvedená norma definuje dva typy zkušebních těles, a to ohybové těleso a tahové kompaktní těleso. Nicméně v současné době jsou prováděny experimenty i na zkušebních tělesech typu C [78, 79, 80, 81]. Zkouška se provádí metodou více těles, která jsou zatěžována na rozdílné hodnoty přemístění síly. Minimální počet zkušebních těles je 7. Z výsledných záznamů síla – přemístění síly je určena korigovaná hodnota celkové energie U , která se použije pro výpočet J integrálu podle následujícího vztahu:

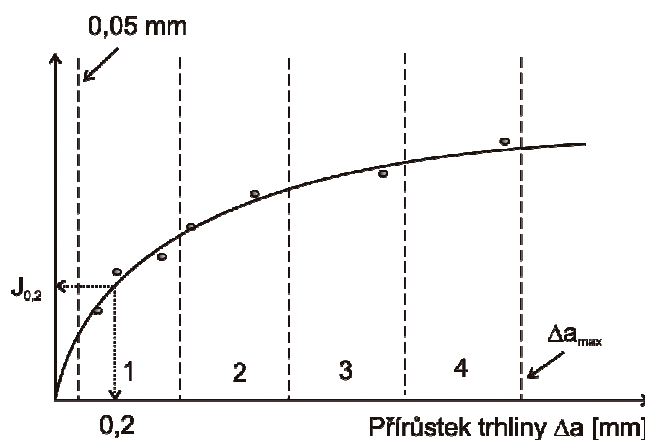
$$J = \frac{\eta \cdot U}{B \cdot (W - a_0)} \quad (20)$$

kde η je geometrický faktor zohledňující tvar zkušebního tělesa, U je celková korigovaná energie, B je tloušťka zkušebního tělesa, W je šířka zkušebního tělesa a a_0 je původní délka trhliny. Z vypočítaných hodnot J integrálu a délek stabilních přírůstků trhliny Δa , stanovených měření na lomové ploše, sestavíme závislost J – Δa (J-R křivka). Body této závislosti proložíme regresní funkcí:

$$J = C_1 \cdot \Delta a^{C_2} \quad (21)$$

kde C_1 a C_2 jsou koeficienty regresní funkce a Δa je stabilní přírůstek trhliny. Odolnost materiálu proti iniciaci stabilně rostoucí trhliny potom udává kritická hodnota $J_{0,2}$, stanovená z J-R křivky pro stabilní přírůstek trhliny $\Delta a = 0,2$ mm.

Zkouška je platná, pokud v intervalu délek stabilního přírůstku trhliny od 0,05 mm do $\Delta a = 0,1 \cdot (W - a_0)$ leží minimálně 7 bodů rozmístěných do 4 oblastí tak jak je uvedeno na obr. 20.

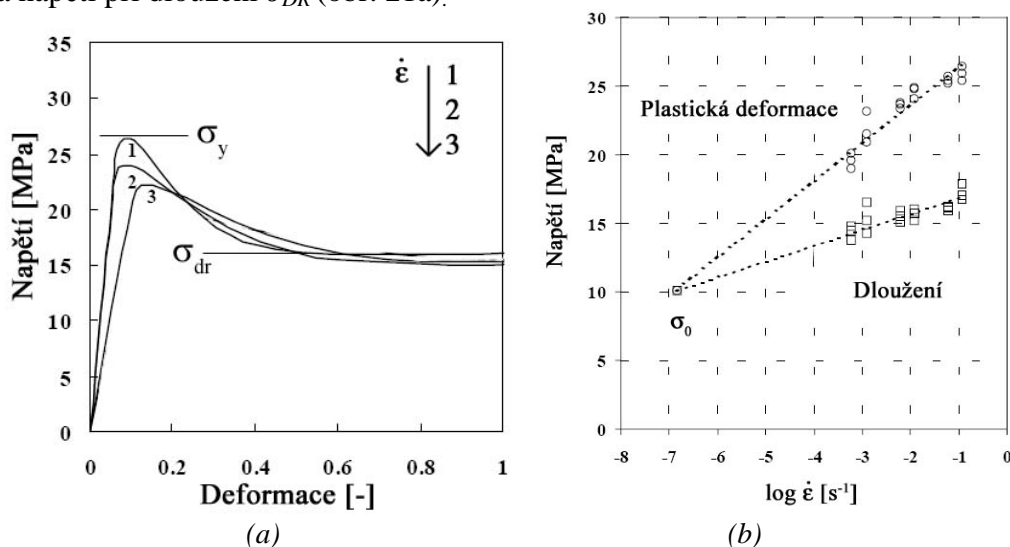


Obr. 20: Závislost J integrálu na stabilním přírůstku trhliny (J-R křivka)

5.1.6 Alternativní zkoušky vycházející ze standardní tahové zkoušky

Multi-rychlostní test

Multi-rychlostí test navržený Jivrajem a jeho spolupracovníky [29] byl poprvé publikován na mezinárodní konferenci Plastic Pipes IX v Mnichově. Metoda je založena na principu standardní tahové zkoušky, při které jsou standardizovaná tahová tělesa zatěžována několika, řádově se lišícími deformačními rychlostmi $\dot{\epsilon}$. Ze získaných tahových digramů se pro dané deformační rychlosti stanoví hodnoty meze kluzu σ_y a napětí při dloužení σ_{DR} (obr. 21a).

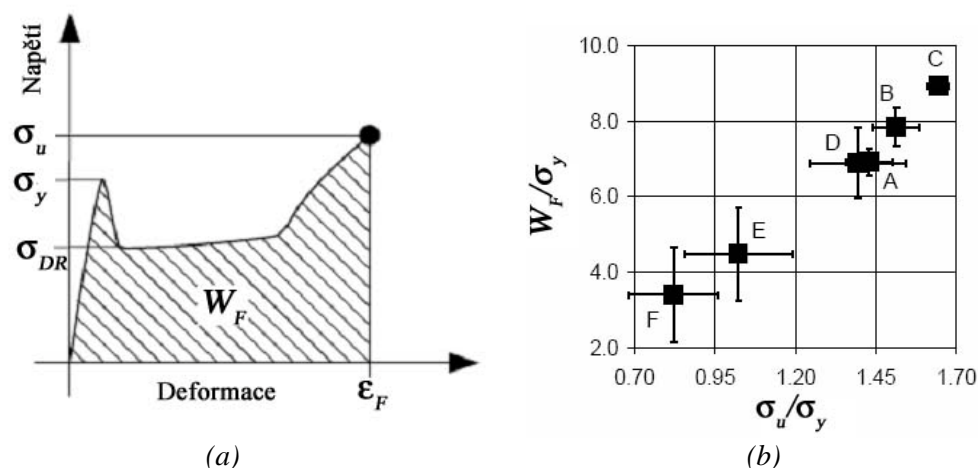


Obr. 21:(a) Vliv deformační rychlosti na tahový diagram, (b) Stanovení efektivního napětí σ_0 [29]

Z uvedených dat je sestavena závislost mezi napěťovými charakteristikami σ_y , σ_{DR} a rychlostí deformace $\dot{\epsilon}$. Hodnota napětí σ_{DR} je méně závislá na rychlosti deformace než hodnota meze kluzu σ_y . Průsečík těchto dvou závislostí je tzv. charakteristické (efektivní) napětí σ_0 (obr. 21b), které odpovídá přechodu mezi tvárným a křehkým mechanismem porušování PE. Na základě hodnoty tohoto napětí mohou být jednotlivé trubkové typy HDPE hodnoceny a porovnávány mezi sebou.

Normovací test

Uvedený postup vychází stejně jako předchozí ze standardní tahové zkoušky. Byl navržen Castagnettim a jeho spolupracovníky [67] a publikován na mezinárodní konferenci Plastic Pipes XII v Miláně. Zkouška spočívá v provedení tahové zkoušky na standardizovaných zkušebních tělesech při rychlosti zatěžování řádově desítky mm/min. Z tahového diagramu jsou stanoveny hodnoty meze kluzu σ_y , meze pevnosti σ_u , tažnosti ϵ_F a celkové práce do lomu W_F (obr. 22a). Hodnoty meze pevnosti σ_u a celkové práce do lomu W_F jsou normovány hodnotou meze kluzu σ_y . Získané bezrozměrné podíly σ_u/σ_y a W_F/σ_y hodnocených materiálů jsou vyneseny do grafu (obr. 22b), na základě kterého jsou materiály navzájem porovnávány. Materiály ležící v pravém horním rohu tohoto grafu lze považovat za materiály mající vyšší odolnost proti meznímu stavu SCG než materiály ležící v levém dolním rohu uvedeného grafu.



Obr. 22: (a) Tahový diagram (b) Vyhodnocení materiálů na základě tahových charakteristik [29]

Stanovení modulu deformačního zpevnění G_p

Metoda stanovení parametru deformačního zpevnění G_p byla představena v roce 2010 na konferenci Plastic Pipe XV ve Vancouveru [66]. Byla prokázána, podobnost mezi mechanismy způsobujícími mezní stav SCG (porušení fibril v křezu) a mechanismy při dloužení vzorku za mezní kluzu při tahové zkoušce.

Tahová zkouška probíhá na zkušebním tělese typu 3 podle ISO 37 s rozšířenými konci pro uchycení do čelistí (jako prevence vyklouznutí vzorku z čelistí), při teplotě 80 °C a rychlosti zkoušky 20 mm/min. Výchozí měřená délka L_0 na vzorku je 10 mm. Zkouška je ukončena porušením vzorku, nebo dosažením deformace 1200 %. Byla prokázána dobrá korelace mezi výsledky FNCT testu a hodnotami modulu deformačního zpevnění G_p .

5.2 Zkušební metody stanovení odolnosti proti RCP

Nebezpečí vzniku RCP, při napětích nižších než je minimální požadovaná pevnost daného materiálu (MRS), a závažnost možných následků vzniklých v důsledku tohoto typu porušení, vedly v posledních letech k vývoji několika zkušebních metod, hodnotících odolnost trubek proti RCP. Můžeme je rozdělit do dvou skupin:

- Zkoušky prováděné přímo na trubce nebo na její části: Robertsonův test, FST test (Full scale test – ISO 13478) a S4 test (Small scale steady state test – ISO 13477)
- Alternativní zkoušky prováděné na zkušebních tělesech připravených z trubky nebo z lisovaných desek: PSI test (Plane stress impact test), převrácený Charpyho test (Inverted Charpy test) a HSDT test (High double torsion test)

5.2.1 Robertsonův test

První zkouškou hodnotící odolnost PE potrubí proti šíření křehké trhliny byl „Robertsonův Test“, který byl založen na práci T. S. Robertsona z roku 1953. Uvedený test byl modifikován R. Vancrombrugge z University v Gentu a vydán roku 1976 jako

Belgický standard T42-410 [44]. Zkušební těleso ve formě trubky o minimální délce rovné $5 \times d_n$ je při něm vystaveno rázovému zatížení. Rychle se šířící trhlina ($>500 \text{ ms}^{-1}$) je iniciována v přechlazené oblasti ($< -150 \text{ °C}$), která je opatřena vrubem, do kterého v axiálním směru narazí kladivo. V závislosti na zvolených podmínkách zkoušky, typu materiálu a rozměrech trubky se bude trhlina přes část trubky zatíženou vnitřním tlakem šířit, nebo se v ní zastaví [82].

5.2.2 FST test

Na základě tohoto testu [83] můžeme stanovit maximální přípustný tlak v plynovém potrubí, nad kterým v potrubí nastane RCP. Zkouška probíhá na 25 m dlouhém potrubí, které je umístěno v nádrži a zasypáno štěrkem. Chlazená voda proniká štěrkem a udržuje potrubí na teplotě 0 °C . Z bezpečnostních důvodů je potrubí tlakováno dusíkem. Toto nesnižuje platnost zkoušky, protože výsledný kritický tlak $p_{c, FST}$ je mírně nižší než v případě tlakování zemním plynem. Trhlina je iniciována úderem ocelové čepele do trubky v oblasti, ve které je trubka ochlazená na -70 °C . Zkouška se provádí za různých tlaků a měří se konečná délka trhliny. Pokud je tlak v potrubí nižší než $p_{c, FST}$, délka trhliny s růstem tlaku roste pomalu od 1 až do 3 m. Nad kritickým tlakem $p_{c, FST}$ dochází k RCP, trhlina se nezastaví a proroste celou zkoušenou délkou potrubí [82, 84].

5.2.3 S4 test

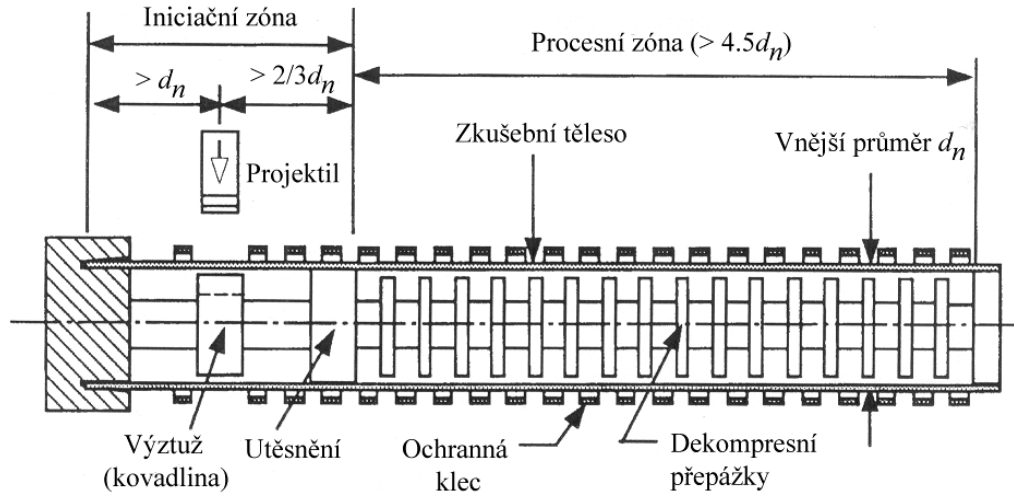
S4 test, navržený P. S. Leeversem, byl standardizován [85] v roce 1997. Uspořádání tohoto testu je uvedeno na obr. 23. Všechny rozměry jsou vztahovány k jmenovitému vnějšímu průměru trubky d_n . Zkouška se provádí na segmentu trubky o délce $7 \times d_n$. Axiální trhlina je iniciována nárazem dlátovitého projektilu, s nárazovou rychlostí až 40 ms^{-1} , do vyztužené části trubky. V procesní zóně jsou v trubce umístěny vnitřní diskové přepážky, které brání předčasnému úniku plynu z trubky. Trubka je zde navíc opatřena vnější ochrannou klecí, která zabraňuje rozevírání trhliny a tím snižuje rychlost úniku plynu. Obě tyto úpravy umožňují provádět S4 test na podstatně menších segmentech trubky, než v případě FST testu. Na základě této zkoušky může být stanoven [44, 82, 84, 85]:

- Kritický tlak $p_{c, S4}$, při konstantní zkušební teplotě (obvykle 0 °C)
- Kritická teplota T_c při konstantním tlaku

Podrobněji se zde zmíním o zkoušce probíhající za konstantní teploty, při které je proměnnou veličinou hodnota vnitřního tlaku v potrubí. Při zkoušce je potrubí specifické délky (viz. výše) drženo na předem definované teplotě a tlakováno vhodným médiem na požadovanou hodnotu vnitřního tlaku. Potrubí je na jednom konci v tzv. iniciační oblasti vystaveno zatížení rázového typu ($\geq 15 \text{ m/s} \pm 5 \text{ m/s}$), které iniciuje rychle se šířící trhlinu v axiálním směru trubky. Zkušební teplota i zkušební tlak je definován odpovídajícími standardy. Hodnocení, zda došlo k zastavení nebo propagaci rychle se šířící trhliny je provedeno na zkoušené trubce po ukončení zkoušky. K zastavení trhliny došlo v případě, kdy platí

$$a \leq 4,7d_n \quad (22)$$

kde a je délka trhliny v potrubí měřená na vnější straně trubky a d_n je nominální vnější průměr trubky. V opačném případě došlo k propagaci rychle se šířící trhliny.



Obr. 23: Uspořádání při small-scale steady state testu (S4) [55]

Přístup při kterém je potrubí drženo na konstantní hodnotě teploty a je prováděna série několika zkoušek při různých hodnotách vnitřního tlaku, je užíváný pro stanovení tzv. kritického tlaku p_{cS4} nebo kritické hodnoty obvodového napětí σ_{cS4} . Jedná se o tlak při kterém na záznamu $a/d_n - p_{S4}$ (obr. 24) nastává ostrý přechod mezi náhlým zastavením iniciované trhliny a ustáleným šířením trhliny. Hodnotu kritického tlaku p_{cS4} můžeme podle vztahu (23) definovaného standardem [85] přepočítat na hodnotu kritického obvodového napětí σ_{cS4} .

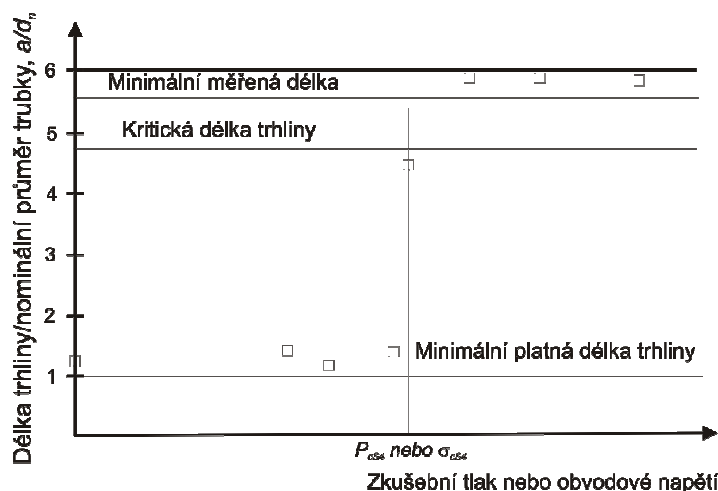
$$\sigma = \frac{p(d_{em} - e_t)}{20e_t} \quad (23)$$

Ve vztahu (23) je p zkušební vnitřní tlak, d_{em} střední vnější průměr trubky a e_t je střední hodnota tloušťky stěny trubky podél hlavní trhliny.

Protože při S4 testu dochází k omezení dekomprese plynu, získané hodnoty kritického tlaku $p_{c,S4}$ jsou nižší než hodnoty kritického tlaku $p_{c,FST}$ stanovené při FST testu. Pro jejich vzájemný přepočet byl stanoven komisí ISO TC 138 SC5 následující vztah:

$$p_{c,FST} = 3,6 \cdot p_{c,S4} + 2,6 \quad (24)$$

ve kterém hodnota 2,6 představuje tlak vyjádřený v barech (získáno z atmosférického tlaku při odvození této rovnice) a hodnota 3,6 je teoretický korelační faktor mezi kritickými tlaky $p_{c,FST}$ a $p_{c,S4}$ [44].



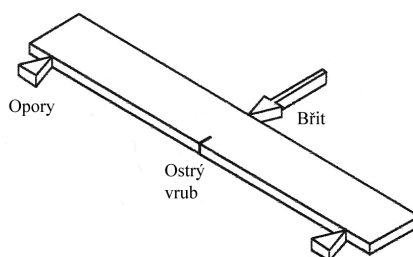
Obr. 24: Výsledná závislost a/d_n - p_{CS4} z S4 zkoušky [85]

5.2.4 PSI test

Cenová a časová náročnost zkoušek prováděných přímo na trubkách nebo jejich částech, vedla k zavedení alternativního PSI testu. Stejně jako ostatní alternativní testy vychází z poznatku, že rozhodující vliv na odolnost trubky proti RCP mají smykové okraje, které při růstu trhliny vznikají na vnitřní stěně trubky. Podstatou zkoušky je rázové zatížení dostatečně tenkého zkušebního tělesa, jehož geometrie je znázorněna na obr. 25. Malá tloušťka vzorku zajišťuje rovinný stav napjatosti, který odpovídá stavu napjatosti v okolí vnitřní stěny trubky. N. Brown na základě svých experimentů [86] stanovil jako optimální tloušťku zkušebních vzorků $B = 3$ mm. Výsledkem této zkoušky je dynamická lomová houževnatost (stanovená za podmínek rovinné napjatosti) G_D , která je stanovena ze vztahu

$$G_D = \frac{U}{B \cdot W \cdot \Phi} \quad (25)$$

kde U je hodnota korigované iniciační energie U_{in} nebo korigované celkové energie U_C potřebné na iniciaci trhliny a porušení vzorku. Korigované energie U_{in} a U_C se počítají podle vztahů (38) a (39). B a W jsou tloušťka respektive šířka zkušebního vzorku a Φ je energetický kalibrační faktor.



Obr. 25: Uspořádání při PSI testu [81]

Experimentálně bylo dokázáno [87, 88, 89], že výsledky z této zkoušky dobře korelují s výsledky z S4 testu. Mohou být tedy použity pro hodnocení trubkových materiálů z hlediska jejich odolnosti proti RCP.

5.2.5 Převrácený Charpyho test

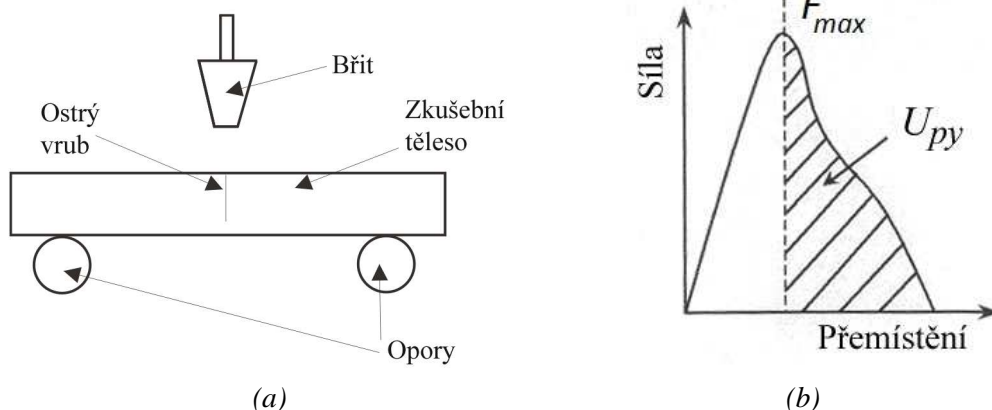
Převrácený Charpyho test simuluje tvorbu smykových okrajů, ke které dochází při RCP v PE trubkách. Zkouška je prováděna na obvyklých Charpyho zkušebních tělesech (55×10×10 mm) získaných ze stěny trubky. Zkušební těleso je opatřeno vrubem, do hloubky rovné 85% jeho tloušťky, který představuje křehkou lomovou plochu. Zbývajících 15 % představuje oblast u vnitřní stěny trubky, ve které dochází k tvorbě smykových okrajů. Uspořádání při převráceném Charpyho testu je znázorněno na obr. 26a. Při maximálním zatížení F_{max} zkušebního tělesa působí ve zbývající ploše průřezu pod vrubem (ligamentu) rovnoměrné tahové napětí odpovídající mezi kluzu materiálu, které můžeme stanovit podle vztahu:

$$\sigma_y = \frac{F_{max} \cdot S}{4B \cdot s \cdot (W - s)} \quad (26)$$

kde F_{max} je maximální zatížení vzorku, S je vzdálenost opor, B je tloušťka vzorku, W je šířka vzorku a s je šířka vzorku pod vrubem. Energie U_{py} (obr. 26a), která je absorbována při tvorbě smykových okrajů, je vyjádřena vztahem:

$$U_{py} = \frac{1}{B \cdot s} \int_{\delta_p}^{\delta_0} P d\delta \quad (27)$$

kde δ_p je přemístění síly odpovídající maximálnímu zatížení F_{max} a δ_0 je přemístění síly při porušení vzorku. Experimentálně bylo dokázáno [53], že vyšší hodnota energie U_{py} odpovídá větší absorpci energie při vzniku smykových okrajů během S4 testu. Existuje tedy jistá korelace mezi výsledky S4 testu a výsledky převráceného Charpyho testu. Na základě výsledků získaných z převráceného Charpyho testu můžeme kvalitativně předpovědět výsledky S4 testu.



Obr. 26: (a) Uspořádání při převráceném Charpyho testu, (b) Záznam síla-přemístění síly [53]

5.2.6 HSDT test

HSDT test je zkušební metoda, zavedená P. S. Leeversem, umožňující stanovení dynamické lomové houževnatosti G_D materiálu jako funkce rychlosti zatěžování. Zjištěné hodnoty G_D odpovídají hodnotám stanoveným na základě Leeversova termálního dekohezního modelu [54].

6 Základní lomové mechanické parametry

Lomová mechanika je založena na existenci nedokonalosti struktury. Tyto nedokonalosti mohou být potenciálními zdroji defektů, které za určitých vnějších (zatížení, prostředí) i vnitřních (orientace) podmínek mohou vést k iniciaci a následné propagaci trhliny. Z hlediska životnosti potrubních systémů je relevantním typem porušení křehký lom po dlouhé době provozu, nebo rychlý křehký lom. Jak bylo uvedeno v kapitole 3, oba mezní stavy plastových trubek (křehký lom po dlouhé době provozu i rychlé šíření trhliny) probíhají mechanismem iniciace a šíření (propagace) trhliny a jsou ukončeny nestabilním křehkým lomem.

Využití aparátu lomové mechaniky [90, 91] umožňuje zkoumat za jakých podmínek dochází k iniciaci a růstu trhliny z tohoto defektu, zda se trhlina bude šířit stabilně nebo nestabilně, a zavádí materiálovou charakteristiku lomovou houževnatost, pomocí které můžeme stanovit nosnost součásti s trhlinou.

Zkušební metody používané pro hodnocení odolnosti trubek proti oběma uvedeným mezním stavům využívají přístupů lineární elastické lomové mechaniky (LELM) nebo elasto-plastické lomové mechaniky (EPLM).

6.1 Kriteria stability trhliny zavedené LELM

Přístup LELM můžeme použít pro materiály, které se porušují nestabilním lomem při napětích pod mezí kluzu. Tedy v případě, kdy v materiálu na čele trhliny nedochází ke vzniku velké plastické zóny viz. vztah (30). LELM zavádí 2 kriteria pro hodnocení stability trhliny, která rozhodují, zda se bude trhlina šířit nestabilně. Tato kriteria jsou založena buď na přístupu energetickém (Griffithovo kritérium), nebo na principu napětí a posuvů (Irwinovo kritérium). Energetický přístup je založen na rychlosti uvolňování energie (případně hnací síle trhliny) G . Druhé kritérium je založeno na faktoru (součiniteli) intenzity napětí K . Uvažujeme-li tedy zatěžovací mód I (prosté otevírání normálním napětím kolmým k rovině trhliny) [91], můžeme uvedená kritéria stability vyjádřit následujícími vztahy.

a) Griffithovo kritérium křehkého porušení

Trhlina se bude samovolně zvětšovat, jestliže rychlost uvolňování energie G_I dosáhne určité kritické hodnoty G_{IC} , kterou nazýváme lomovou houževnatostí [92].

$$G_I \geq G_{IC} \quad (28)$$

b) Irwinovo kritérium křehkého porušení

K růstu trhliny dojde, jestliže faktor intenzity napětí K_I dosáhne určité kritické hodnoty K_{IC} , kterou nazýváme lomovou houževnatostí [92].

$$K_I \geq K_{IC} \quad (29)$$

6.1.1 Podmínky platnosti LELM

Pro platnost LELM je nutné, aby plastická zóna na čele trhliny byla ve srovnání s rozměry tělesa a trhliny menší. Potom bude oblast plastické zóny obklopena oblastí s dominující singularitou [90, 91]. V tomto případě je napětí na čele trhliny určeno faktorem intenzity napětí K . Podmínky platnosti LELM jsou

$$a, B, (W - a) \geq 2,5 \left(\frac{K_I}{R_e} \right)^2 \quad (30)$$

kde a je délka trhliny, B je tloušťka zkušebního tělesa a $(W - a)$ je rozměr tělesa od konce trhliny k povrchu tělesa ve směru šíření trhliny (ligament) a R_e je mez kluzu materiálu.

6.2 Kriteria stability trhliny zavedené EPLM

Vztahy a kritéria lineární elastické lomové mechaniky (LELM) přestávají platit v případě, kdy se před čelem trhliny nachází rozsáhlá plastická zóna, jejíž velikost nespĺňuje podmínky LELM. K popisu lomového chování těchto materiálů se používá elasto-plastická lomová mechanika (EPLM). V současné době se v rámci EPLM používají pro popis napěťově-deformačních poměrů v okolí čela trhliny dva parametry, které mohou být použity jako kritéria stability trhliny. Jedná se o rozevření čela trhliny $CTOD$ a křivkový J integrál. Uvedená kritéria můžeme vyjádřit následujícími vztahy.

a) Kriterium rozevření na čele trhliny δ ($CTOD$)

Veličinu δ můžeme využít jako deformační kritérium, podle kterého nestabilní iniciace lomu nastane tehdy, pokud δ_I dosáhne kritické hodnoty δ_{IC} , závislé na materiálu.

$$\delta_I < \delta_{IC} \quad (31)$$

Hodnota veličiny δ_I určená pro okamžik lomu se označuje symbolem δ_{IC} a vyjadřuje lomovou houževnatost označovanou jako kritická hodnota rozevření trhliny [92, 93].

b) Koncepce křivkového J integrálu

Veličina J_I charakterizuje intenzitu napjatosti na čele trhliny. Můžeme ji využít jako kritérium stability trhliny.

$$J_I < J_{IC} \quad (32)$$

K růstu trhliny dojde, jestliže J_I dosáhne určité kritické hodnoty J_{IC} , kterou nazýváme lomovou houževnatostí.

6.3 Specifické chování plastů

Realizace experimentů, které jsou zahrnuty v předložené práci, musely zohlednit určitá specifika charakteristická pro chování plastů. Konkrétně jejich výrazné

viskoelastické chování, tj. výrazná závislost materiálových charakteristik na teplotě a čase (jak bylo uvedeno v kap. 3.2.1). Oproti kovovým materiálům [91] je nutné:

- provést korekci na vtisk zátěžných přípravků pro zkoušky lomové houževnatosti (npř.: stanovení dynamické lomové houževnatosti K_{ICd} a stanovení J-R křivek)
- nahradit konstantu 2,5 uvedenou ve vztahu (30) experimentálně stanovenou hodnotou β , která je funkcí materiálu

7 Cíle práce

Teoretický rozbor studované problematiky ukázal, že v případě plastových trubek mohou nastat dva mezní stavy, které rozhodují o životnosti potrubí. Jedná se o mezní stav křehkého lomu po dlouhé době provozu, který probíhá mechanismem pomalého šíření trhliny (SCG) a mezní stav rychlého šíření trhliny (RCP). Odolnost vůči těmto mezním stavům je u trubkových plastů ovlivňována řadou parametrů (struktura řetězce, morfologie, zpracovatelské podmínky). Potřeba, hodnotit materiály z hlediska jejich odolnosti proti SCG a RCP, vedla k zavedení několika standardizovaných zkoušek. S jejich využitím může být hodnoceno jak lomové chování již vyrobených trubek, tak i nativních trubkových materiálů. Cenová a časová náročnost základních zkoušek vedla v posledních letech k vývoji tzv. zkoušek alternativních, které umožňují získat požadované výsledky v podstatně kratším čase.

S ohledem na současný stav studované problematiky byly formulovány následující dílčí cíle disertační práce:

1. Stanovit vliv molekulární struktury na lomové chování nativních trubkových materiálů.
2. Stanovit vliv nadmolekulární struktury na lomové chování nativních trubkových materiálů.
3. Stanovit vliv zpracovatelských podmínek na vnitřní strukturu a lomové chování nativních trubkových materiálů.
4. Posoudit možnost použití alternativních krátkodobých zkoušek pro predikci výsledků FNCT testu nativních trubkových materiálů.
5. Stanovit základní materiálové charakteristiky jednotlivých vrstev komerčně vyráběných vícevrstvých trubek, které budou použity jako vstup při tvorbě numerického modelu.
6. Navrhnout vhodný typ zkušebních těles pro hodnocení lomového chování komerčně vyráběných vícevrstvých trubek.
7. Provést relevantní měření lomových charakteristik lineární elastické lomové mechaniky (LELM) jako vstupní data pro ověření platnosti numerického modelu.
8. Provést relevantní měření lomových charakteristik elasto-plastické lomové mechaniky (EPLM), konkrétně stanovení J-R křivek.

8 Metodika experimentů

Experimentální část této disertační práce je rozdělena do dvou částí. V první, byla hodnocena odolnost nativních trubkových typů HDPE z hlediska mezních stavů pomalého (SCG) a rychlého (RCP) šíření trhliny a vlivu relevantních strukturních parametrů na uvedené mechanismy porušování. V druhé části bylo studováno lomové chování a odolnost dvou komerčně vyráběných vícevrstvých trubek proti meznímu stavu SCG. Byl zde také položen experimentální základ pro sestavení numerických výpočtových modelů jak pro celé trubky, tak i pro jednotlivá zkušební tělesa.

Všechny experimenty byly provedeny ve spolupráci Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně, Polymer Institutu Brno, spol. s r. o., Ústavu makromolekulární chemie AV ČR a Ústavu fyziky materiálů AV ČR.

8.1 Experimentální metody použité pro hodnocení nativních trubkových typů HDPE

Na Polymer Institute Brno, spol. s r. o. byly připraveny granuláty vývojových butenových typů HDPE pro potrubní aplikace. Jednotlivé materiály byly na tomto pracovišti charakterizovány jak z hlediska jejich molekulární, tak i nadmolekulární struktury. Molekulární struktura byla hodnocena metodou gelové permeační chromatografie (GPC) na přístroji PL-GPC220 s dvojitým detektorovým systémem RI a viskometrickým detektorem 220R Viscotek. Na základě tohoto měření byly pro jednotlivé materiály a jejich frakce stanoveny hodnoty hmotnostně střední molární hmotnosti M_w a číselně střední molární hmotnosti M_n . Zastoupení jednotlivých frakcí, vyjádřené formou hmotnostních procent bylo stanoveno na základě TREF analýzy (temperature rising elution fractionation - TREF). Metodou infračervené spektroskopie s Fourierovou transformací (fourier transform infrared spectroscopy - FTIR) bylo stanoveno množství krátkých bočních větví SCB. Nadmolekulární struktura byla hodnocena metodou diferenční snímací kalorimetrie (differential scanning calorimetry - DSC) na přístroji DSC Q100 podle standardu ISO 11357-3 [94]. Výsledkem bylo stanovení krystalinity Cr . Tekutost experimentálních materiálů vyjádřená indexy toku MFI 2,16, MFI 21,6 a jejich poměrem MFR, byla stanovena na základě zkušební metody [95] na výtlačném plastometru Dynisco.

Základní mechanické charakteristiky experimentálních materiálů byly stanoveny na pracovišti Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně. Zkoušky byly provedeny na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020 podle ČSN EN ISO 527-2 [96].

Experimentální materiály byly hodnoceny na základě standardizovaných zkoušek z hlediska obou typů výše uvedených mezních stavů na pracovišti Polymer Institute Brno, spol. s r. o. Odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG) byla hodnocena metodikou FNCT testu (kap. 5.1.4) na zkušební stanici pro FNCT testy podle standardu ISO 16770 [75]. Dále byly na zkušebním zařízení pro S4 test (kap. 5.2.3), podle standardu ISO 13477 [85], hodnoceny materiály z hlediska mezního stavu rychlého šíření trhliny (RCP).

Na pracovišti Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně byly provedeny alternativní krátkodobé zkoušky, odhadující odolnost experimentálních materiálů jak z hlediska mezního stavu SCG, tak i RCP. Na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020 byly provedeny alternativní testy [29, 66] ke zkoušce FNCT, které jsou založeny na principu standardní zkoušky tahem ČSN EN ISO 527-2 [96] (kap. 5.1.6). PSI test [86] (kap. 5.2.4) byl proveden na instrumentovaném Charpyho kladivu PSW 300E MFL.

Na pracovišti Ústavu makromolekulární chemie AV ČR bylo provedeno rentgenografické hodnocení morfologických parametrů studovaných materiálů. Tloušťka lamel definována tzv. dlouhou periodou *LP* byla sledována metodou difrakce v oblasti malých úhlů (small angle X-ray spectroscopy - SAXS). Uvedené měření bylo provedeno na komoře Kratky s pozičně citlivým detektorem. Dále byl použit SAXS/WAXS molekulární měřicí systém MolMet Rigaku Denki, který byl v průběhu experimentů nově instalován na tomto pracovišti.

8.1.1 Hodnocení molekulární struktury

Hodnocení molekulární struktury experimentálních materiálů bylo provedeno na Polymer Institute Brno, spol. s r. o. Tyto výsledky slouží pro základní charakterizaci vnitřní molekulární struktury experimentálních materiálů. Dále jsou popsány metody, kterými byly tyto výsledky získány.

TREF analýza

TREF analýza je nejčastěji používanou metodou frakcionace polymerů podle schopnosti polymeru krystalizovat z roztoku. V současné době existují 2 varianty, preparativní a analytická. Experimentální materiály byly hodnoceny metodou preparativní TREF analýzy [97]. Analýza probíhá ve 2 krocích. V prvním kroku se zředěný roztok polymeru nanese při teplotě 140 °C na inertní nosič v koloně (např. silikagel nebo mořský písek), následně se tato směs chladí vhodnou rychlostí až na pokojovou teplotu. Čím je nižší rychlost chlazení, tím vyšší je dělicí účinnost procesu. Dochází ke krystalizaci jednotlivých frakcí polymeru na částech inertního nosiče. S klesající krystalinitou, která je v případě komonomerů etylénu určována distribucí krátkých bočních větví, klesá také rozpouštěcí teplota. Jednotlivé frakce polymeru tedy tvoří na inertním nosiči vrstvy. Nejprve vzniká vrstva materiálu s nejvyšší krystalinitou, jako poslední vzniká vrstva materiálu s nejnižší krystalinitou. V druhém kroku jsou se zvyšující se teplotou z kolony vymývány (eluovány) jednotlivé frakce vykrystalizovaného polymeru. Nejprve je rozpouštědlem eluována vnější vrstva, jako poslední pak vrstva s nejvyšší krystalinitou. Výsledkem preparativní TREF analýzy jsou jednotlivé frakce (v pevném stavu), které mohou být dále zkoumány dalšími strukturálně analytickými metodami (DSC, FTIR, GPC). Metoda byla použita pro stanovení procentuálního zastoupení jednotlivých frakcí, vyjádřeného formou hmotnostních zlomků, v experimentálních materiálech.

Pro analýzu byla použita preparativní TREF - kolona plněna Chromosorbem P 60/80 mesh, dávkovaná 80ml 0,5-1% roztoku vzorku v 1,2,4 – trichlorbenzenu (TCB), chlazení rychlostí 2 °C/hod ze 140 °C na 20 °C, frakce odebrané při teplotách 60, 70, 80, 90, 100, 110, 140 °C byly srážené MeOH, filtrované na fritě a sušené, průtok mobilní fáze 4 ml/min.

Gelová permeační chromatografie (GPC)

GPC metoda je moderní metoda pro stanovení průměrů a distribucí molárních hmotností. Přístroj je tvořen kolonou plněnou pórovitými kuličkami vhodného gelu a rozpouštědlem. Vhodné množství roztoku polymeru (nebo frakce daného polymeru) se doplní do hlavy kolony a je v koloně promýváno konstantní rychlostí (obvykle za zvýšeného tlaku). Nejmenší molekuly vstupují snadněji do pórů náplně a tím je jejich pohyb kolonou zpomalován. Jako první jsou tedy z kolony vymyty molekuly největší. Objem rozpouštědla (eluční objem) potřebný pro vymytí dané frakce polymeru roste s její klesající molární hmotností. Koncentrace polymeru ve vymytých frakcích se měří u paty kolony citlivým detektorem. Získává se závislost signálu detektoru (úměrnému hmotnosti frakce) na elučním objemu, který je funkcí molární hmotnosti. Kalibrací této závislosti můžeme získat distribuční křivku [98]. Metoda byla použita pro stanovení molární hmotnosti jak experimentálních materiálů, tak i jejich jednotlivých frakcí.

Měření bylo provedeno na přístroji PL-GPC220 s dvojitým detektorovým systémem RI a viskometrickým detektorem 220R Viscotek. Sada tří kolon 30×0,8 cm s HT Styragemem pro interval M_w 103 až 107 g/mol, mobilní fáze: 1,2,4- tichlorbenzen stabilizovaný 0,05 % w/v Santanox R.

Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací (FTIR)

Infračervená spektroskopie je analytická technika, která měří pohlcení (adsorpci) infračerveného záření dané vlnové délky při průchodu zkušebním vzorkem. Přitom dochází ke změnám rotačně vibračních energetických stavů molekuly v závislosti na změnách dipólového momentu molekuly.

IR spektrometr je vybaven zdrojem záření, který poskytuje polychromatický infračervený paprsek, který je rozdělen na paprsek měřicí a referenční. Měřicí paprsek prochází vzorkem, je vhodným způsobem rozkládán na jednotlivé vlnové délky a na základě jeho porovnání s paprskem referenčním je stanovena adsorpce pro jednotlivé vlnové délky. Analytickým výstupem je infračervené spektrum, tedy závislost energie vyjádřené formou absorbance (33) na vlnové délce dopadajícího záření [99]. Absorpční pásy mající vrcholy v intervalu vlnočtů 4000 – 1500 cm^{-1} jsou vhodné pro identifikaci funkčních skupin (např. –OH, C=O, N-H, CH₃).

$$A = -\log \frac{I}{I_0} \quad (33)$$

Ve vztahu (33) představuje I intenzitu záření po průchodu vzorkem a I_0 intenzitu záření vstupujícího do vzorku.

Spektrometry s Fourierovou transformací (FTIR spektrometry) vyžadují pro získání klasického spektrálního záznamu matematickou metodu Fourierovy transformace. Výhodou FTIR spektrometrů oproti klasickému měření IR spektra je možnost rychle analyzovat i velmi malá množství vzorků a možnost získat spektra s vyšším rozlišením, než v případě klasické IR spektroskopie.

Měření bylo provedeno na FT-IR Spectrometru 1720, zkušební materiál byl ve formě vyliisovaných deštiček tloušťky 1 mm. Rozlišení 2 cm^{-1} a použitý počet skenů byl 4.

8.1.2 Hodnocení nadmolekulární struktury

Hodnocení nadmolekulární struktury nativních typů HDPE bylo provedeno na základě rentgenografických a termických metod. Použitá metoda rentgenové difrakce v oblasti malých úhlů (small angle X-ray spectroscopy - SAXS) pracuje na principu průchodu RTG záření přes uspořádanou soustavu atomů a jejich odrazu na odpovídajících krystalografických rovinách. Záření se při tomto odrazu odchyluje o úhel 2θ . V případě, že paprsky splňují Braggovu podmínku difrakce vyjádřenou vztahem (34) dochází k jejich vzájemnému interferenčnímu zesílení, zatímco v ostatních směrech dochází k jejich interferenčnímu zeslabení. Podle vztahu (34) musí být opoždění paprsku R_1 za paprskem R_2 celistvým násobkem vlnové délky λ .

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (34)$$

Ve vztahu (34) je n řád reflexe, d mezirovinná vzdálenost, λ vlnová délka RTG záření (obvykle 0,154 nm) a θ úhel dopadu.

Rozptylem RTG záření v oblasti malých úhlů SAXS ($2\theta \leq 2^\circ$), který je způsoben střídáním oblastí s různou elektronovou hustotou (amorfní a krystalická oblast) [98], byla stanovena velikost tzv. dlouhé periody LP charakterizující tloušťku krystalických lamel.

Rentgenová difrakce v oblasti malých úhlů

Měření v oblasti malých úhlů SAXS bylo provedeno v rekonstruované maloúhlové komoře KRATKY (A.Paar, Graz) vybavené pozičně citlivým detektorem. Bylo použito záření $\text{CuK}\alpha$ (1,54 Å) získané pomocí RTG zdroje ID 3000 (Seifert GmbH, Hamburk) monochromatizované Ni folií a elektronicky. Uvedené zařízení je instalováno na pracovišti Ústavu makromolekulární chemie AVČR. Pozdější měření probíhala také na nově instalovaném SAXS/WAXS molekulárním měřícím systému (MolMet, Rigaku Denki) instalovaném na téže pracovišti. Zařízení je vybaveno bodovou kolimací a dvourozměrným pozičně citlivým detektorem, který umožňuje získat údaje o orientaci vzorku. Bylo použito záření $\text{CuK}\alpha$, generované stejným typem zdroje a monochromatizované stejným způsobem jako v případě staršího zařízení. Na získaný záznam intenzity rozptýleného záření RTG jako funkce úhlu 2θ , byla aplikována korekce na pozadí a Lorenzova korekce. Z pozice jednotlivých píků byla s využitím Braggovy rovnice stanovena hodnota dlouhé periody LP podle následujících vztahů:

$$LP = \frac{2\pi}{q} \quad (35)$$

$$q = \left(\frac{4\pi}{\lambda} \right) \sin \theta \quad (36)$$

kde $\lambda = 0,154$ nm je vlnová délka použitého záření a 2θ úhel odrazu.

Diferenciální snímací kalorimetrie

Měření bylo provedeno podle standardu ISO 11357-3 [94] na zkušebním zařízení DSC Q100, které je instalováno v laboratořích Polymer Institutu Brno, spol. s r.o.. Uvedené zařízení je vybaveno jednou zkušební komorou, která byla při zkouškách

vyplněna atmosférou dusíku N₂. Experimentální materiály byly hodnoceny v teplotním rozsahu +50 °C až +180 °C, který je typický pro sledování PE materiálů. Rychlost ohřevu a chlazení byla 10 °C/min. Hmotnost navážky pro DSC měření byla v rozsahu 6,6 až 8,2 mg. Při zkoušce proběhlo 1. tání a 2. tání. Po 1. tání byly vzorky vystaveny teplotě +180 °C po dobu 10 min při níž došlo k úplnému roztavení původní struktury (krystalitů). Dále byla provedena krystalizace po které následovalo 2. tání již nově uspořádané struktury. Při zkoušce byl současně zahříván sledovaný vzorek a referenční látka konstantní rychlostí. Byl zaznamenáván rozdíl tepelného příkonu mezi vzorkem a standardem, který je potřebný pro udržení nulového teplotního rozdílu. Byla stanovena závislost tepelného toku na teplotě. Plocha pod touto závislostí udává hodnotu tepla tání $\Delta H_{m,s}$ semikrystalického polymeru. Maximum píku na záznamu udává teplotu tavení daného materiálu. Z hodnoty tepla tání semikrystalického polymeru $\Delta H_{m,s}$ a tabulkové hodnoty tepla tání zcela krystalického polymeru (ideálního krystalu) ΔH_m (290 J/g pro PE) byly stanoveny hodnoty krystalinity Cr daných semikrystalických materiálů podle rovnice:

$$Cr = \frac{\Delta H_{m,s}}{\Delta H_m} \cdot 100 \quad (37)$$

8.1.3 Hodnocení základních fyzikálních a mechanických vlastností

Stanovení indexů toku MFI

Tekutost experimentálních materiálů, vyjádřená indexy toku MFI 2,16, MFI 21,6 a jejich poměrem MFR, byla stanovena na základě zkušební metody předepsané normou ČSN ISO 1133 [95]. Princip zkoušky je velmi jednoduchý. Definované množství materiálu je ve formě granulátu nasypáno do vyhřívané části výtlačného plastometru (vyhřáté na předepsanou teplotu zkoušky). Materiál je zatížen zkušebním závažím a protlačován přes trysku definovaných rozměrů. Vytlačovaný materiál je postupně odřezáván, vážen a hmotnost vytlačeného materiálu je přepočítána na hodnotu indexu toku MFI.

Měření bylo provedeno na výtlačném plastometru Dynisco při teplotě zkoušky 190 °C a použitých zkušebních zátěžích 2,16 kg a 21,6 kg. Zkouška byla provedena metodou B podle [95].

Zkouška tahem

Stanovení základních materiálových charakteristik nativních trubkových typů HDPE bylo provedeno na pracovišti Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně. Zkoušky byly provedeny podle standardu ČSN EN ISO 527-2 [96] na zkušebním stroji Zwick Z020 za následujících podmínek: teplota zkoušky 23 °C, rychlost zatěžování 3 mm/min, měřená délka 20 mm, průtahoměr s třídou přesnosti 0,5 a snímač síly s kapacitou 2,5 kN. Zkušební tělesa typu V podle [96] byla na pracovišti Polymer Institutu Brno, spol. s r. o. vyražena z lisovaných desek [100] tloušťky 1 mm o rozměrech 130×130 mm. Pro každý materiál byla zkoušena nejméně 3 zkušební

tělesa. Na základě tahové zkoušky byly stanoveny hodnoty modulu pružnosti v tahu E , meze kluzu σ_y a deformace na mezi kluzu ε_y .

8.2 Experimentální metody použité pro hodnocení komerčně vyráběných vícevrstvých trubek

V rámci experimentální části disertační práce bylo dále hodnoceno lomové chování dvou typů komerčně vyráběných vícevrstvých trubek. Dvouvrstvé trubky (z materiálu PE100) GEROfit-R (Ø110, SDR11, PN16) s rozměrově připočitatelným ochranným pláštěm a třívrstvé trubky (taktéž z materiálu PE100) Wavin TS (Ø110, SDR11, PN16) s integrovanou vnější i vnitřní ochrannou vrstvou.

Na pracovišti Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně byly uvedené trubky hodnoceny metodou stanovení J-R křivky podle [77] (kap. 5.1.5). Zkouška byla provedena metodou více těles na malých zkušebních vzorcích odebraných z trubek. Měření bylo provedeno na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020. Pro dokumentaci získaných lomových ploch byl použit stereomikroskop SZ 2 vybavený CCD kamerou.

Na vzorcích odebraných z experimentálních trubek bylo dále provedeno hodnocení na základě parametru lineární lomové mechaniky K_{ICd} . Měření probíhala podle [101] na dvou typech Charpyho instrumentovaných kladiv. Na kladivu PSW 300E MFL a kladivu Fraktoskop 4 J.

Na Ústavu fyziky materiálů AV ČR byly na základě provedených experimentů, pomocí metody konečných prvků, provedeny numerické analýzy a sestaveny modely hodnotící lomové chování malých zkušebních vzorků i celých trubek.

9 Výsledky experimentů a jejich diskuse

9.1 Nativní trubkové typy HDPE

Pro studium vlivů relevantních strukturních a morfologických parametrů na odolnost proti meznímu stavu SCG a RCP a tím i na jejich životnost, byly zvoleny vývojové butenové typy HDPE druhé generace (PE80) (kap. 2.2.2.), které byly připraveny na pracovišti Polymer Institute Brno, spol. s r. o.

Významný vliv jak na strukturu polymerního řetězce, tak i na morfologii materiálu má volba vhodného typu katalytického systému, stabilizátorů, mazadel a v neposlední řadě i zpracovatelských podmínek. Materiály byly tedy zvoleny tak, aby bylo možné sledovat vliv zpracovatelských podmínek na jejich vnitřní strukturu a tím i na lomové chování a odolnost proti studovaným mezním stavům.

Tab. 3: Zpracovatelské podmínky [102, 103]

Materiál	6395	6396	6397	6398
Sestava segmentů	Tvrdá	Tvrdá	Měkká	Měkká
Krouticí moment [%]	80-83	65-68	46-48	50-52
Otáčky šroubu [rpm]	250	250	250	250
Tlak [bar]	38-41	37-40	33-40	35-41
Energetický vstup [kW/kg]	0,35	0,28	0,20	0,22

Vliv zpracovatelských podmínek na vnitřní strukturu nativních trubkových typů HDPE a tím i na jejich lomové chování, byl sledován u materiálů s označením 6395, 6396, 6397 a 6398. Výchozím materiálem byl v tomto případě prášek 2067-pr, který byl odebrán z výrobního reaktoru a po aditivaci (směsí stabilizátorů a sazí) byl zgranulován za rozdílných extruzních podmínek na vzorky viz. tab. 3. Jeho strukturní charakteristiky nám slouží jako „výchozí bod“ ke kterému můžeme vztahovat ostatní experimentální materiály (6395, 6396, 6397, 6398). Jejich vnitřní struktura byla ovlivněna dalším zpracováním (granulací). U těchto materiálů došlo k jistým změnám ve vnitřní struktuře.

Polymerní prášek (vzorek 2067) byl na pracovišti Polymer Institute Brno, spol. s r. o. granulován na experimentálním dvojšnekovém extrudéru WP ZSK 25 při dvou různých zpracovatelských podmínkách (tab. 3). Vzorky 6395 a 6396 byly připraveny s tzv. „tvrdou“ sestavou segmentů (šneků), která se uspořádáním šneků velmi podobá sestavě používané v provozním extruderu. Materiál byl v tomto případě vystaven vyššímu namáhání s vyšší pravděpodobností termomechanické degradace. Jeho prohnětení by mělo být vyšší než v případě tzv.: „měkké“ sestavy segmentů (šneků) na které byly připraveny materiály 6397 a 6398. V tab. 3 je zřetelně vidět souvislost mezi kroutícím momentem použitým při přípravě jednotlivých materiálů a hodnotou energetického vstupu vyjadřující energii disipovanou v tavenině polymeru vlivem tření mezi taveninou a stěnou extrudéru. U všech materiálů byla použita dobře známá kombinace stabilizátorů Irganox 1010 a Irgaphos 168. Do materiálů 6395, 6396 a 6398 byly jako UV stabilizátor přidány saze, zatímco do materiálu 6397 přidány nebyly. Při granulaci materiálu 6396 bylo navíc přidáno v rámci aditivního koncentrátu (Master Batch) mazadlo DYNAMAR FX9613, které mělo bránit vyšší termodynamické degradaci materiálu při extruzi na „tvrdé“ sestavě segmentů a stabilizátor NAUGARD 445, který

díky nízké teplotě tání (98 – 102 °C) poskytuje ochranu polymerní matici již od počátku tavení [102, 103].

Do skupiny sledovaných materiálů byl, jako ukázka reálně používaného komerčního typu HDPE materiálu druhé generace, zařazen také materiál 402. Jedná se o provozní granulát, který byl připraven na pracovišti Chemopetrolu a.s. na provozním dvojšnekovém extrudéru WP ZSK se stejným typem katalyzátoru a za stejných polymeračních podmínek jako vzorek prášek 2067. Trubky vyrobené z tohoto granulátu vyhověly všem předepsaným zkouškám nezbytným pro certifikaci daného materiálu.

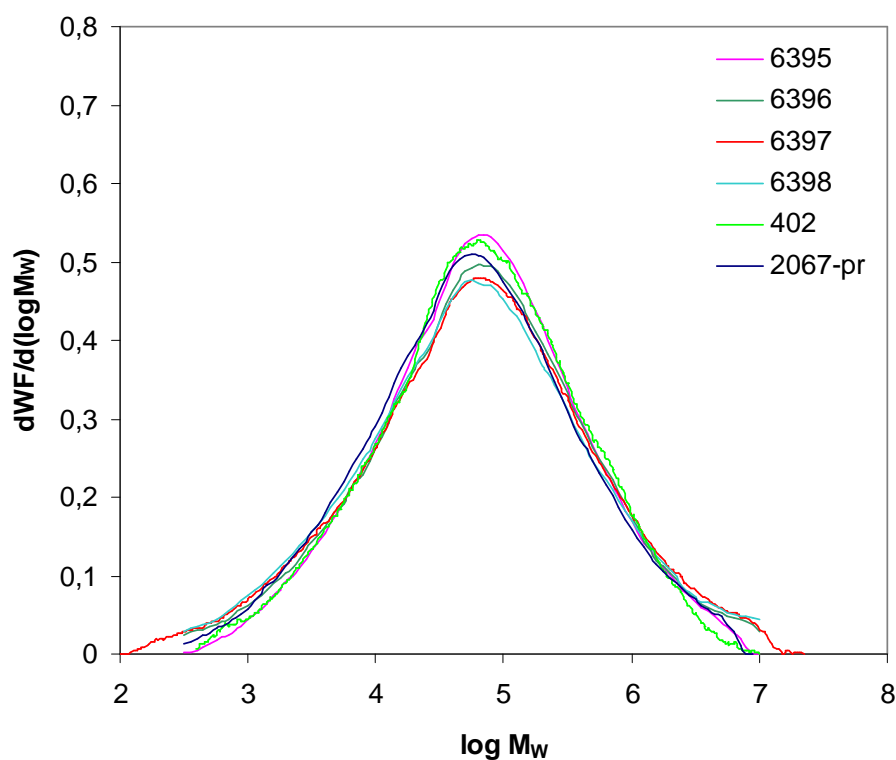
9.1.1 Charakterizace z hlediska molekulární struktury

Základní charakterizace zvolených experimentálních materiálů byla provedena na pracovišti Polymer Institute Brno, spol. s r. o. [102, 103]. Zde byly stanoveny hodnoty průměrných molárních hmotností (M_w , M_n), stupně polydisperzity D (polydisperzní polymerní soustavy obsahují makromolekuly různé velikosti, jejich molární hmotnosti vykazují rozptyl – disperzi, stupeň polydisperzity je pak mírou šířky distribuce molárních hmotností [98]) a průměrné hodnoty krátkých bočních větví SCB v materiálech. Dále bylo stanoveno procentuální zastoupení materiálů v jednotlivých frakcích, hodnoty průměrné molární hmotnosti (M_w , M_n) a množství krátkých bočních větví SCB v jednotlivých frakcích materiálu.

V tab. 4 jsou uvedeny hodnoty hmotnostně střední molární hmotnosti M_w , číselně střední molární hmotnosti M_n , stupně polydisperzity $D = M_w/M_n$ a počtu krátkých bočních větví SCB . Na obr. 27 je zobrazena distribuční křivka molárních hmotností experimentálních materiálů. Unimodální distribuce molární hmotnosti je typická pro materiály druhé generace.

Tab. 4: Charakterizace experimentálních materiálů [102, 103]

Materiál		402	2067-pr	6395	6396	6397	6398
M_w	[g/mol]	269 300	281 900	289 850	383 850	410 250	434 700
M_n	[g/mol]	13 495	10 940	14 720	7 987	8 247	7 680
D	[-]	20,0	25,8	19,7	48,1	49,7	56,7
SCB	[CH ₃ /1000]	5,9	5,7	5,7	5,6	5,5	5,4

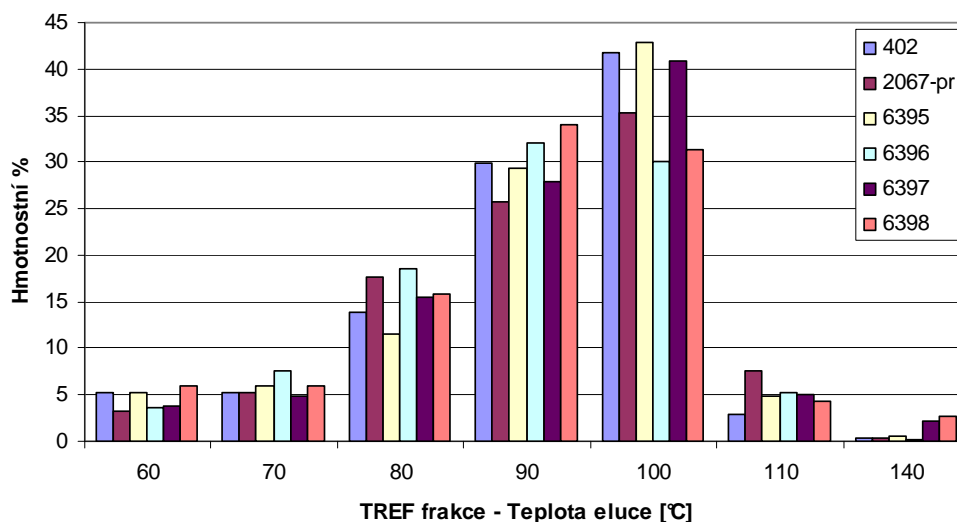


Obr. 27: Distribuční křivky molárních hmotností experimentálních materiálů – stanoveno metodou GPC

Výsledky TREF analýzy jednotlivých experimentálních materiálů jsou uvedeny v tab. 5 [102]. Každý z materiálů byl při této analýze frakcionován do 7 frakcí mezi teplotami 60 a 140°C. Na obr. 28 je zobrazena závislost hmotnostního zlomku jednotlivých frakcí experimentálních materiálů na teplotě eluce.

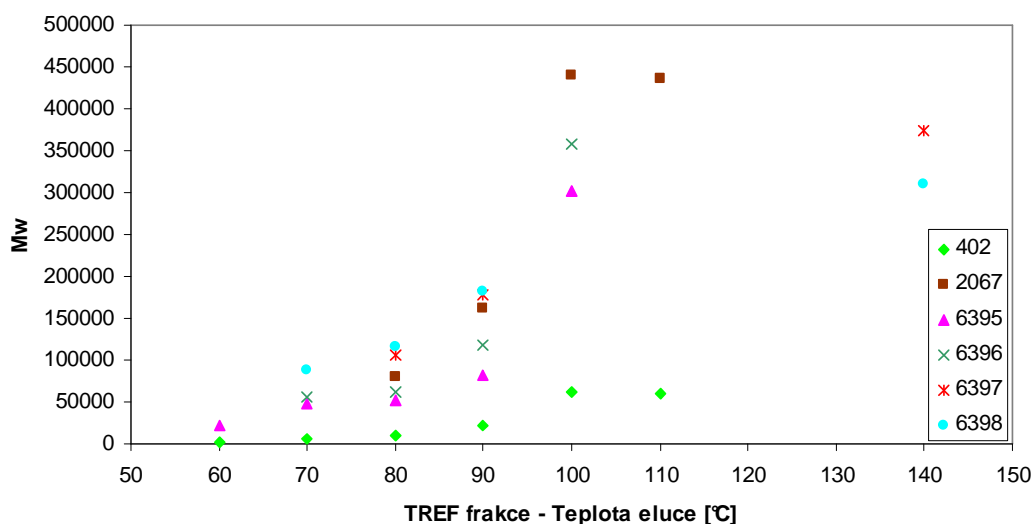
Tab. 5: Hmotnostní zlomky experimentálních materiálů v jednotlivých frakcích – stanoveno TREF analýzou v preparativním módu [102]

Materiál	402	2067 -pr	6395	6396	6397	6398
Podíl frakcí	[hm%]	[hm%]	[hm%]	[hm%]	[hm%]	[hm%]
Teplota eluce [°C]						
F60	5,3	3,3	5,2	3,6	3,7	6
F70	5,2	5,2	5,9	7,5	4,9	6
F80	13,9	17,7	11,5	18,5	15,4	15,8
F90	29,8	25,7	29,3	32	27,9	34
F100	41,8	35,2	42,8	30	40,8	31,3
F110	2,8	7,6	4,8	5,2	5,1	4,3
F140	0,3	0,3	0,6	0,2	2,1	2,7



Obr. 28: Výsledky preparativní TREF analýzy experimentálních materiálů. Závislost hmotnostního zlomku na teplotě eluce

Závislost hmotnostně střední molární hmotnosti M_w na teplotě eluce je zobrazena na obr. 29. Vidíme zde zřetelný pokles hodnot M_w materiálů 6395 a 6396 vůči výchozímu prášku 2067-pr.



Obr. 29: Závislost hmotnostně střední molární hmotnosti M_w na teplotě eluce.

Na základě FTIR spektroskopie bylo stanoveno množství krátkých bočních větví SCB v jednotlivých frakcích. Výsledky FTIR spektroskopie jsou uvedeny v tab. 6. V případě materiálu 402 analýza frakcí provedena nebyla. Lze očekávat obdobné výsledky jako u ostatních materiálů, protože rozdělení materiálu do jednotlivých frakcí (princip TREF analýzy) je v případě HDPE řízeno množstvím krátkých bočních větví SCB [102].

Tab. 6: Množství krátkých bočních větví SCB v jednotlivých frakcích – stanoveno metodou FTIR spektroskopie [102]

Materiál	402	2067 -pr	6395	6396	6397	6398
SCB	[CH ₃ /1000]	[CH ₃ /1000]	[CH ₃ /1000]	[CH ₃ /1000]	[CH ₃ /1000]	[CH ₃ /1000]
Vzorek celkem	5,9	5,7	5,1	5,6	5,5	5,4
F60	-	-	-	-	-	-
F70	-	-	17,5	17	-	-
F80	-	9,4	10,8	10,1	10,7	10,8
F90	-	4,4	5,3	4,6	4,9	4,7
F100	-	1,1	1,6	1,3	-	-
F110	-	0,5	-	-	-	-
F140	-	-	-	-	-	-

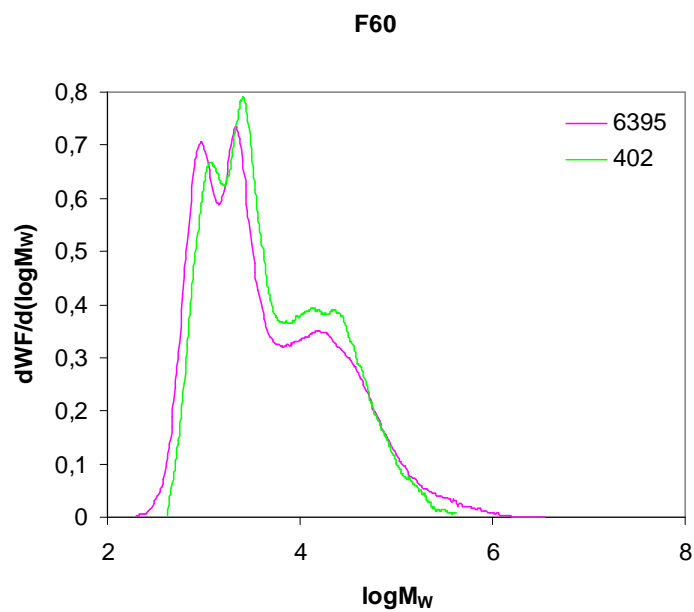
Na základě GPC analýzy byly pro jednotlivé frakce materiálů stanoveny hodnoty středních molárních hmotností M_w a M_n (tab. 7, 8). Vzhledem k malému množství některých frakcí nemohlo být provedeno stanovení těchto parametrů ve všech případech. Distribuční křivky molárních hmotností jednotlivých frakcí jsou uvedeny na obr. 30 až 36.

Tab. 7: Molární hmotnosti M_w v jednotlivých frakcích [102] stanoveny na základě GPC analýzy

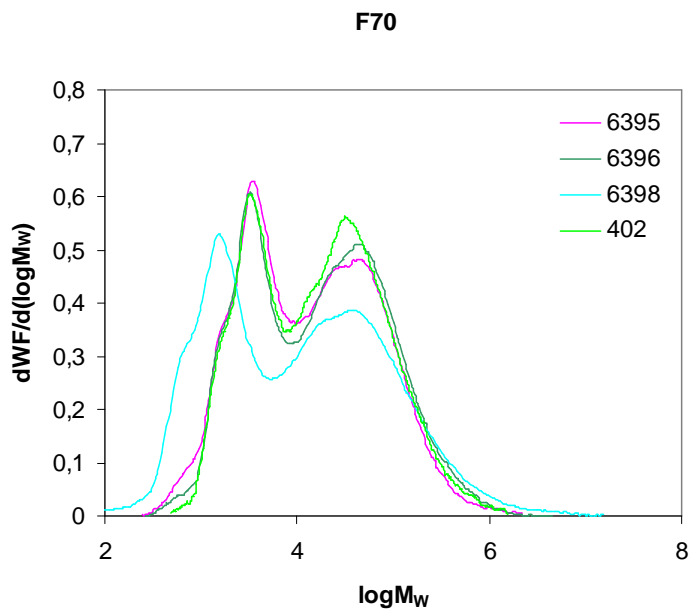
Materiál	402	2067 -pr	6395	6396	6397	6398
	[g/mol]	[g/mol]	[g/mol]	[g/mol]	[g/mol]	[g/mol]
Vzorek celkem	269 300	281 900	289 850	383 850	410 250	434 700
F60	15 630	-	22 000	-	-	-
F70	51 935	-	48 000	56 000	-	87 000
F80	74 745	81 000	52 000	62 000	105 000	117 000
F90	149 250	162 000	83 000	119 000	178 000	181 000
F100	419 700	440 000	302 000	358 000	375 000	311 000
F110	340 450	436 000	-	-	-	-
F140	-	-	-	-	374 900	310 950

Tab. 8: Molární hmotnosti M_n v jednotlivých frakcích [102] stanoveny na základě GPC analýzy

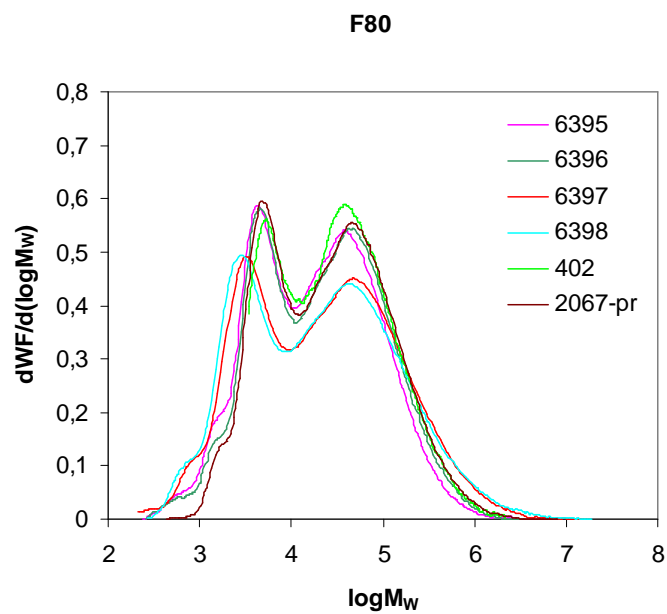
Materiál	402	2067 -pr	6395	6396	6397	6398
	[g/mol]	[g/mol]	[g/mol]	[g/mol]	[g/mol]	[g/mol]
Vzorek celkem	13 495	10 940	14 720	7 987	8 247	7 680
F60	2 536	-	-	-	-	-
F70	5 996	-	4 655	5 586	-	2 172
F80	9 909	9 598	6 169	7 124	4 837	5 154
F90	22 120	20 325	7 800	26 940	17 205	14 610
F100	63 860	56 270	54 920	78 100	-	-
F110	58 405	74 350	-	-	-	-
F140	-	-	-	-	47 035	42 730



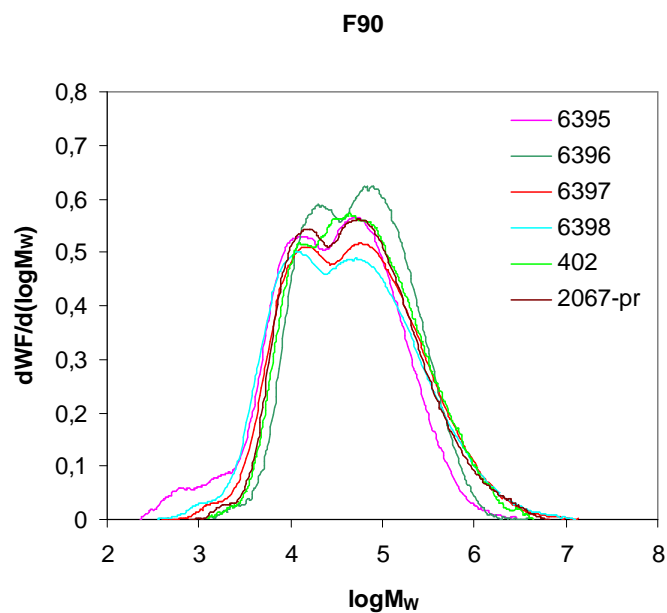
Obr. 30: Distribuční křivky molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů – stanoveno metodou GPC pro frakci F60



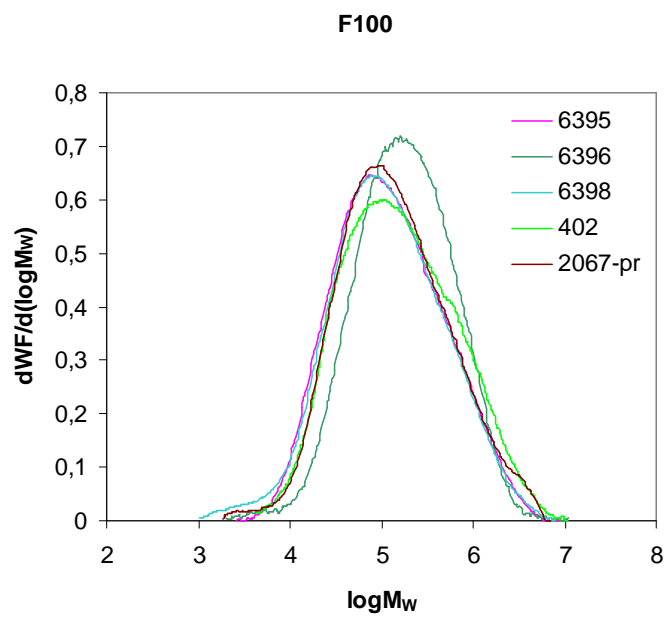
Obr. 31: Distribuční křivky molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů – stanoveno metodou GPC pro frakci F70



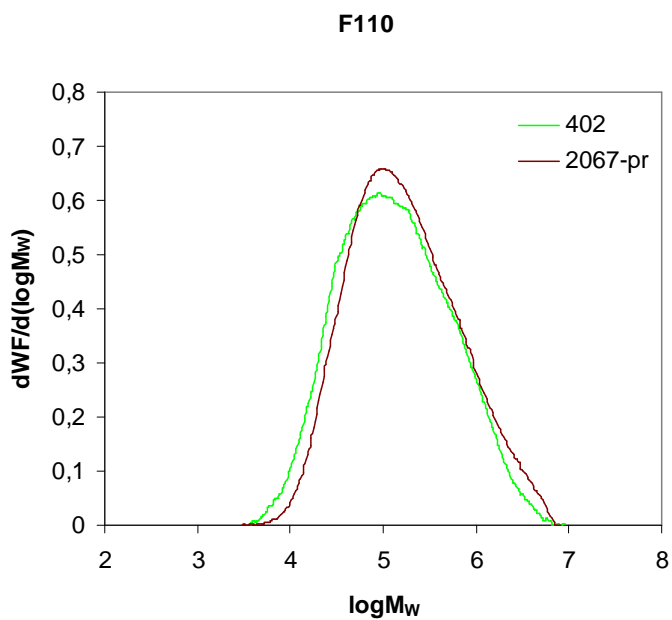
Obr. 32: Distribuční křivky molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů – stanoveno metodou GPC pro frakci F80



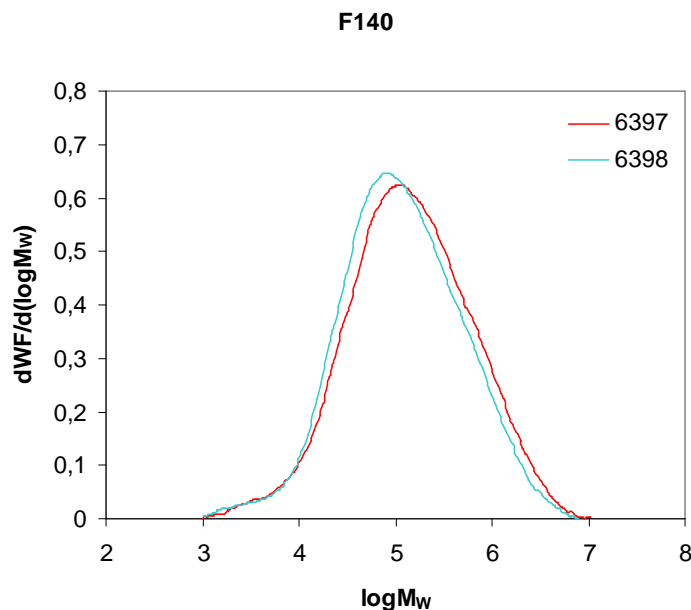
Obr. 33: Distribuční křivky molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů – stanoveno metodou GPC pro frakci F90



Obr. 34: Distribuční křivky molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů – stanoveno metodou GPC pro frakci F100



Obr. 35: Distribuční křivky molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů – stanoveno metodou GPC pro frakci F110



Obr. 36: Distribuční křivky molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů – stanoveno metodou GPC pro frakci F140

Dílčí hodnocení výsledků molekulární struktury

Metodami GPC, TREF a FTIR analýzy bylo provedeno hodnocení molekulární struktury experimentálních materiálů. Jak je patrné z tab. 4 byl zaznamenán vliv rozdílných zpracovatelských podmínek, použitých stabilizátorů a mazadla na vnitřní strukturu polymerní matrice, což se projevilo změnami sledovaných strukturních parametrů. Dochází k nárůstu střední molární hmotnosti M_w a zvětšení šířky distribuce molárních hmotností (charakterizované stupněm polydisperzity D) materiálů zpracovaných na měkké sestavě segmentů. Materiál 6395 zpracovaný na tvrdé sestavě segmentů bez mazadla DYNAMAR FX9613 a stabilizátoru NAUGARD 445 má pak nejnižší hodnotu M_w a nejužší distribuci molárních hmotností. Z hlediska počtu krátkých bočních větví SCB se jednotlivé materiály výrazně neliší. Jak bylo prokázáno v publikaci [104] je nutné pro dosažení požadovaných vlastností trubkových typů splnit podmínku obsahu bočních větví SCB > 4,5. Vyšší obsah SCB nad tuto hranici podporuje odolnost proti SCG, ale může negativně ovlivnit odolnost proti RCP. Z tvaru distribuční křivky molární hmotnosti experimentálních materiálů vidíme, že se jedná o materiály unimodální, což je pro materiály druhé generace (PE80) typické.

Výsledky GPC analýzy jednotlivých frakcí experimentálních materiálů zobrazené na obr. 30 až obr. 36 ukazují rozdílný tvar distribuční křivky molárních hmotností pro jednotlivé frakce materiálů. Frakce F60 až F90 mají bimodální charakter, zatímco frakce F100 až F140 mají unimodální charakter. Frakce F60 až F90 jsou tedy tvořeny z homopolymeru o nízké molární hmotnosti a kopolymeru o vysoké molární hmotnosti. Jedná se o ekvivalent k distribuční křivce molárních hmotností bimodálních HDPE materiálů třetí generace (kap. 2.2.2). Homopolymer o nízké molární hmotnosti dává materiálu lepší zpracovatelnost a tuhost. Kopolymer o vysoké molární hmotnosti zvyšuje rázovou houževnatost materiálu a jeho odolnost proti SCG. V tab. 9 jsou uvedena sumární množství materiálů vyjádřená hmotnostními % ve skupinách více frakcí. Jsou zde uvedeny skupiny obsahující pouze některé, nebo všechny frakce F60 až F90 s bimodálním tvarem distribuční křivky molárních hmotností. Dále také skupiny

obsahující pouze některé, nebo všechny frakce F100 až F140 s unimodálním tvarem distribuční křivky molárních hmotností. V tabulce je také uvedena skupina frakcí F80, F90 a F100, která obsahuje přibližně 80 hmotnostních % experimentálních materiálů. Vzhledem k nízké molární hmotnosti frakce F60 se nepředpokládá její významný vliv na mechanické vlastnosti.

Tab. 9: Hmotnostní zlomky vyjadřující množství materiálu ve skupinách více frakcí

Materiál	402	2067-pr	6395	6396	6397	6398
Frakční skupina	[hm %]	[hm %]	[hm %]	[hm %]	[hm %]	[hm %]
F60+F70+F80 +F90	54,2	51,9	51,9	61,6	51,9	61,8
F70+F80+F90	48,9	48,6	46,7	58,0	48,2	55,8
F80+F90	43,7	43,4	40,8	50,5	43,3	49,8
F80+F90+F100	85,5	78,6	83,6	80,5	84,1	81,1
F100+F110	44,6	42,8	47,6	35,2	45,9	35,6
F100+F110+F140	44,9	43,1	48,2	35,4	48,0	38,3

Srovnání výsledků TREF analýzy s výsledky FNCT zkoušky potvrzují klíčový vliv frakcí F70 až F90 s bimodální distribucí molární hmotnosti na odolnost materiálu proti SCG. Materiály 6396 a 6398 mající v těchto frakcích sumárně největší zastoupení (tab. 9) vykazují nejdelší hodnoty času do lomu t_f . Dalším významným parametrem ovlivňujícím odolnost proti SCG je molární hmotnost molekul v těchto frakcích. Vyšší hodnota M_w v těchto frakcích (tab. 7) vede k delším časům do lomu t_f stanoveným při FNCT testu (tab. 14). Vliv M_w můžeme vysvětlit klíčovou funkcí spojovacích molekul při SCG. Jak bylo uvedeno (kap. 3.1.1) je mechanismus SCG spojen s rozplétáním spojovacích molekul, které procházejí několika lamelami. Z tohoto důvodu existuje určitá minimální průměrná vzdálenost konců makromolekuly $r > 2L_c + L_a$ (obr. 39), kterou musí molekula mít, aby mohla plnit funkci spojovací molekuly. Délka spojovací molekuly je tedy dalším významným parametrem.

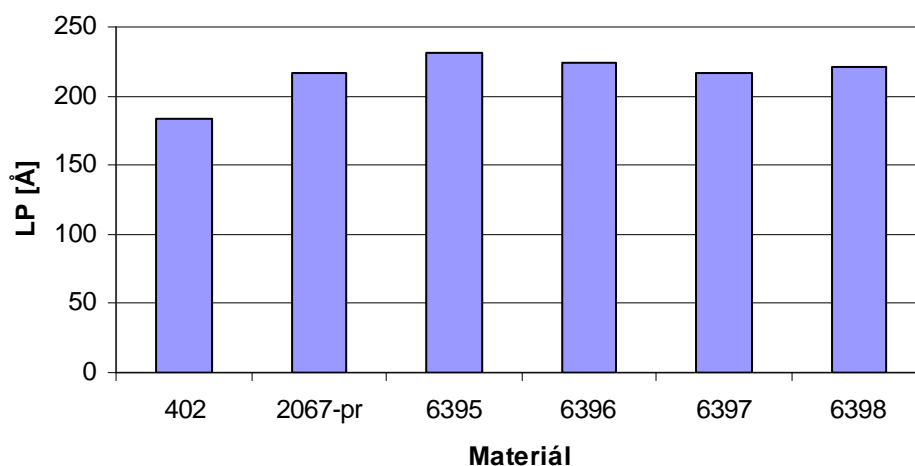
Z hlediska mezního stavu RCP je významný podíl materiálu v unimodálních frakcích F100 až F140. Materiály 6395 a 6397 mající v těchto frakcích sumárně největší zastoupení vykazují vyšší hodnoty $G_{D,C}(cor)$. Tyto materiály mají také vyšší hodnoty krystalinity stanovené při DSC měření, což odpovídá výsledkům TREF analýzy (jako poslední frakce jsou eluovány frakce s vyšší krystalinitou).

9.1.2 Charakterizace z hlediska nadmolekulární struktury

Experimentální materiály byly charakterizovány z hlediska nadmolekulární struktury hodnotami krystalinity Cr a dlouhé periody LP . Hodnoty LP stanovené na základě metody SAXS jsou uvedeny v tab. 10 a na obr. 37.

Tab. 10: Hodnoty dlouhé periody LP stanovené metodou SAXS

Materiál	402	2067-pr	6395	6396	6397	6398
LP [Å]	184	217	231	224	217	221

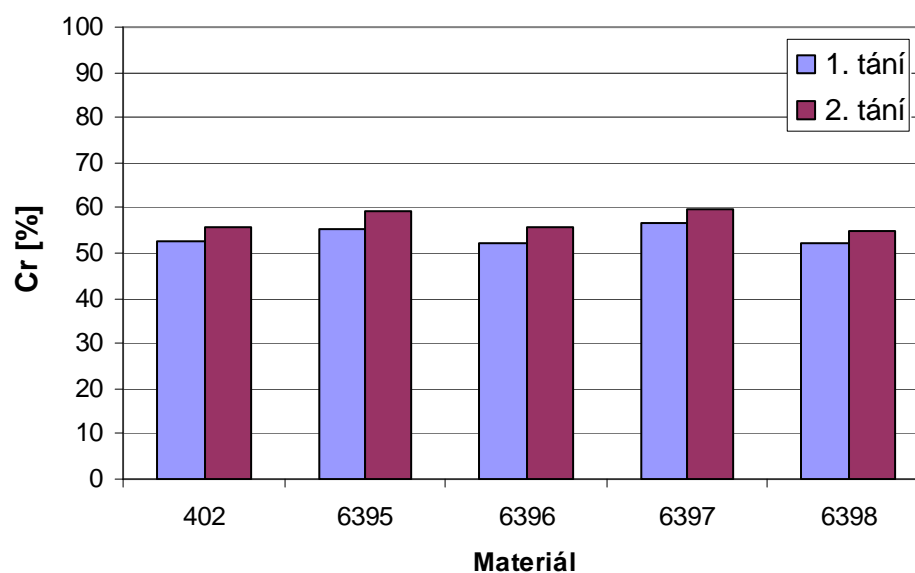


Obr. 37: Hodnoty dlouhé periody LP stanovené metodou SAXS

Výsledné hodnoty krystalinity Cr stanovené metodou DSC při 1. a 2. tání jsou uvedeny v tab. 11 a na obr. 38.

Tab. 11: Hodnoty krystalinity Cr stanovené metodou DSC při prvním a druhém tání

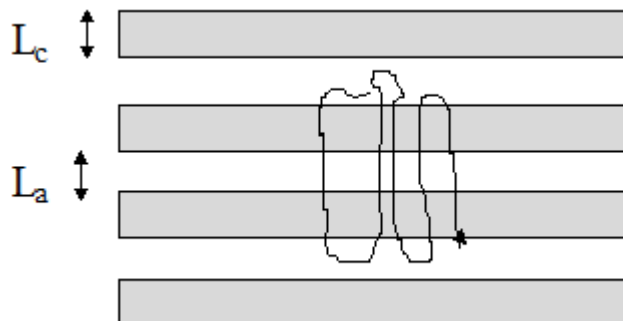
Materiál	ΔH_m 1	ΔH_m 2	Cr 1	Cr 2
	[J/g]	[J/g]	[%]	[%]
402	152,6	162,2	52,6	55,9
6395	160,9	171,4	55,5	59,1
6396	150,9	162,1	52,0	55,9
6397	164,3	173,5	56,7	59,8
6398	151,5	158,7	52,2	54,7



Obr. 38: Výsledné hodnoty krystalinity Cr nativních trubkových materiálů stanovené metodou DSC při prvním. a druhém tání

Dílčí hodnocení výsledků nadmolekulární struktury

Hodnota dlouhé periody LP byla stanovena pomocí SAXS měření. Dlouhá perioda $LP = L_c + L_a$ charakterizuje tloušťku lamely jako součet tloušťky krystalické a amorfní oblasti. Na obr. 39 je schematicky zobrazena tloušťka krystalické oblasti, amorfní oblasti a umístění spojovací molekuly.



Obr. 39: Tloušťka lamely charakterizována hodnotou dlouhé periody LP

Nejvyšší hodnota dlouhé periody LP byla stanovena u materiálu 6395, nejnižší pak u materiálu 402. Nejvyšší hodnoty krystalinity při prvním i druhém tání byly na základě DSC měření stanoveny u materiálů 6395 a 6397.

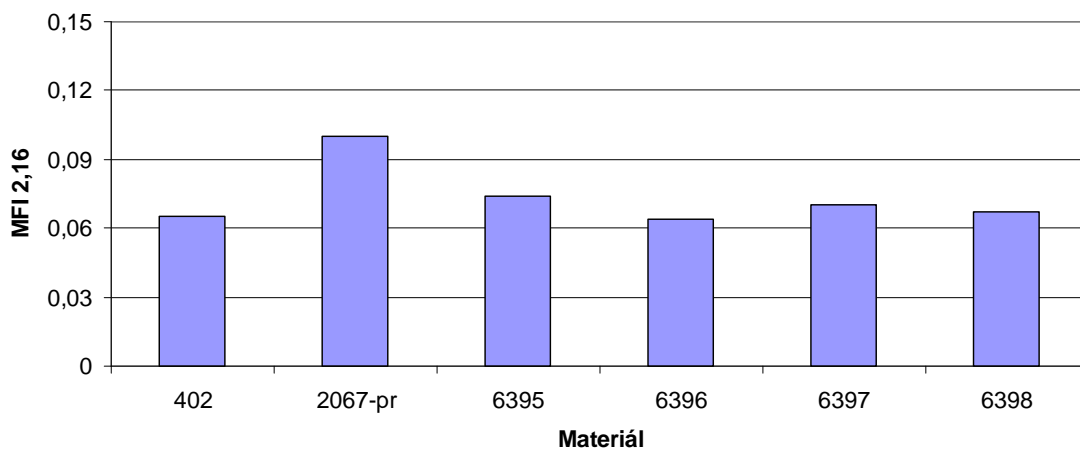
9.1.3 Charakterizace z hlediska mechanických a fyzikálních vlastností

Základní mechanické a fyzikální veličiny byly stanoveny na základě standardní tahové zkoušky a měření indexu toku [95, 96] (tab. 12 a obr. 40 až 42).

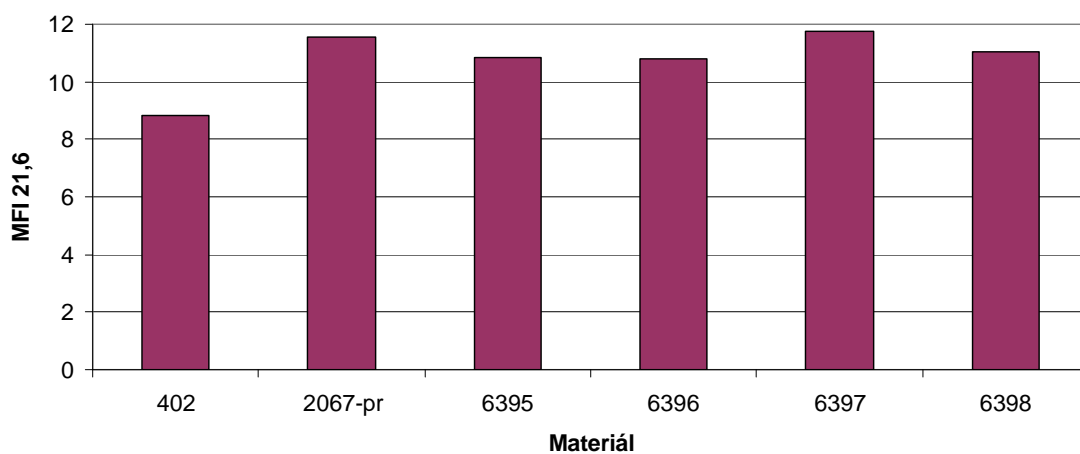
Tab. 12: Hodnoty indexů toku experimentálních materiálů

Materiál	MFI 2,16	MFI 21,6	MFR
	[g/10 min]	[g/10 min]	[-]
402	0,065	8,81	135,60
2067-pr	0,100	11,54	115,40
6395	0,074	10,83	146,40
6396	0,064	10,78	168,40
6397	0,070	11,76	168,00
6398	0,067	11,03	164,60

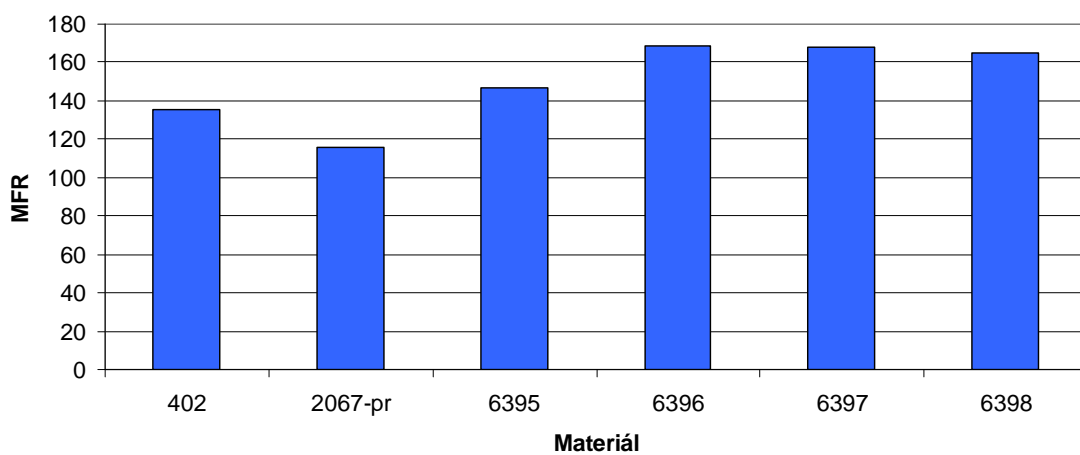
Výsledky tahové zkoušky jsou uvedeny v tab. 13. Výsledné materiálové charakteristiky jednotlivých materiálů jsou mezi sebou srovnány ve sloupcových grafech na obr. 43 až 45.



Obr. 40: Srovnání hodnot indexu toku MFI 2,16



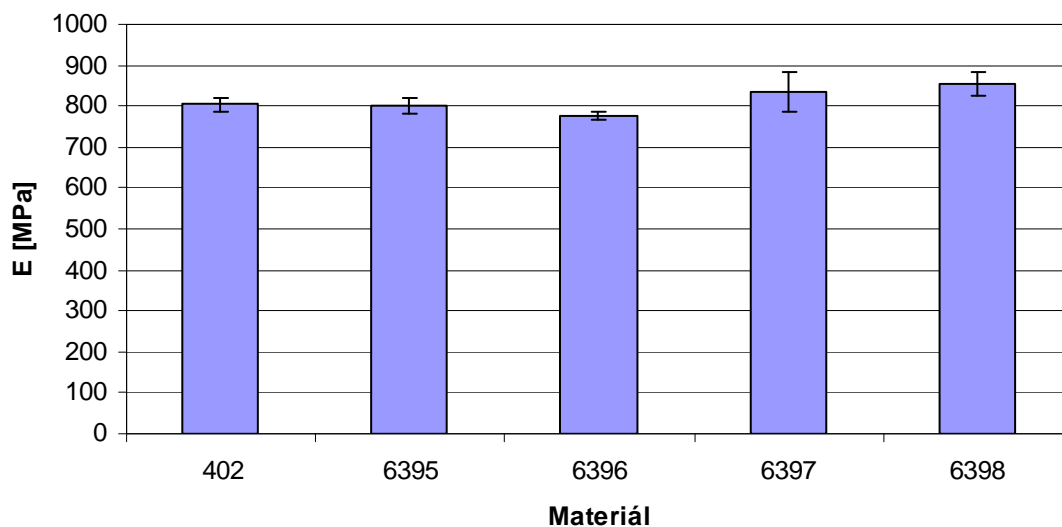
Obr. 41: Srovnání hodnot indexu toku MFI 21,6



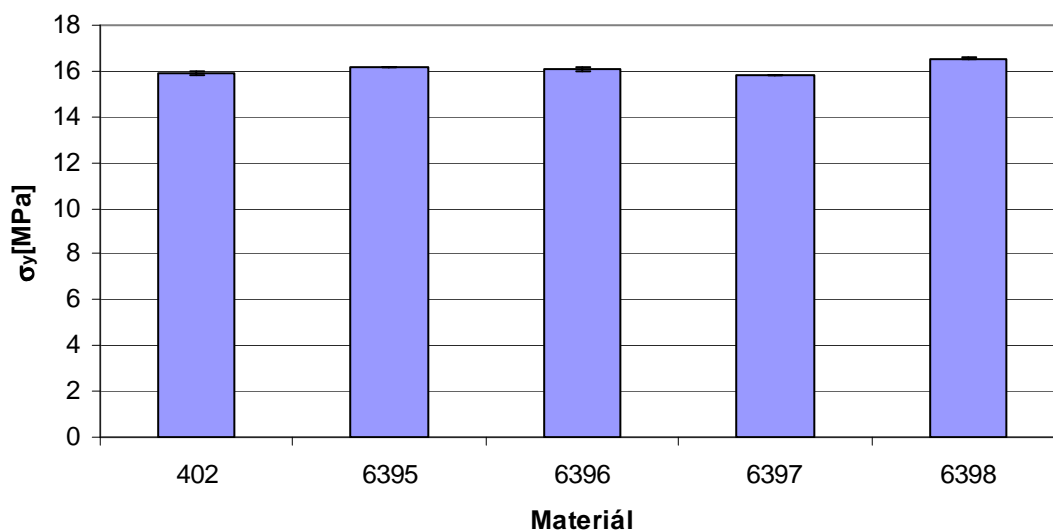
Obr. 42: Srovnání hodnot poměrů indexů toku MFR

Tab. 13: Charakteristiky experimentálních materiálů stanovené tahovou zkouškou

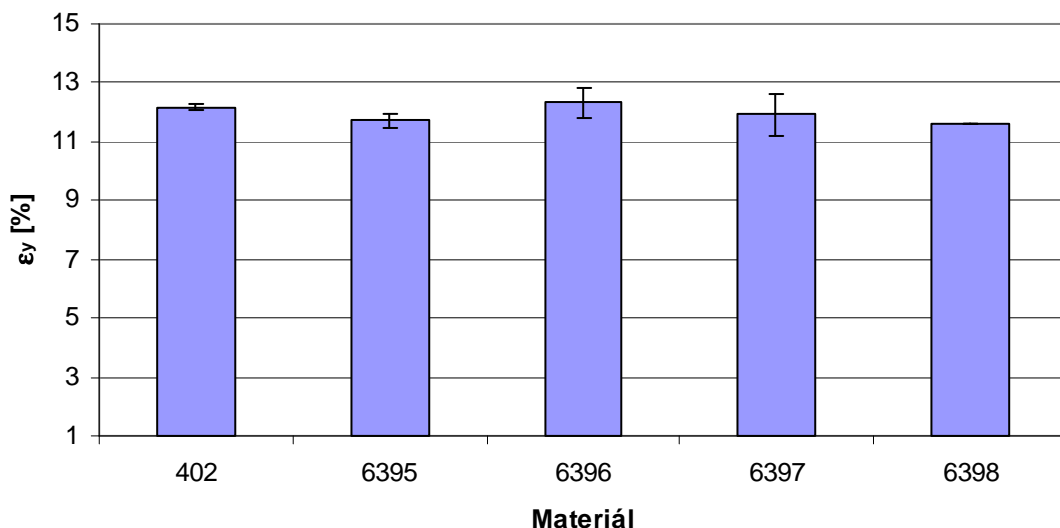
Materiál	402	6395	6396	6397	6398
E [MPa]	804 ±17	801 ±21	779 ±10	834 ±48	855 ±51
σ_y [MPa]	15,9 ±0,1	16,2 ±0,0	16,1 ±0,1	15,8 ±0,0	16,6 ±0,1
ε_y [MPa]	12,17 ±0,09	11,73 ±0,23	12,32 ±0,51	11,92 ±0,72	11,59 ±0,01



Obr. 43: Modul pružnosti v tahu E experimentálních materiálů



Obr. 44: Mez kluzu σ_y experimentálních materiálů



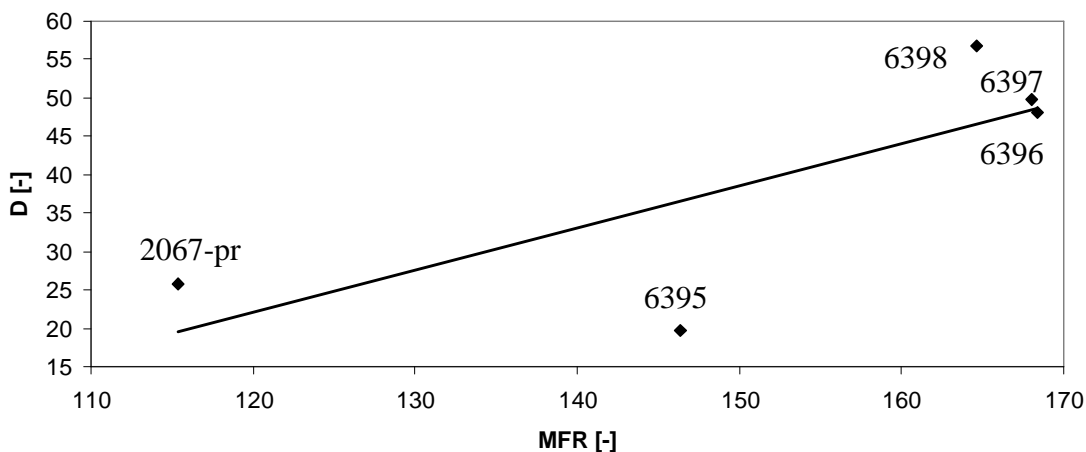
Obr. 45: Deformace na mezi kluzu ε_y experimentálních materiálů

Dílčí hodnocení výsledků mechanických a fyzikálních vlastností

Z výsledků stanovených tahovou zkouškou je patrné, že mezi jednotlivými materiály nebyly zjištěny statisticky významné rozdíly ve sledovaných parametrech.

Na základě měření indexu toku vidíme 30% rozdíl mezi hodnotami MFI 2,16 materiálu 2067-pr a extrudovanými materiály 6395, 6396, 6397 a 6398. Materiál s vyšší hodnotou MFI má vyšší tekutost než materiál s nižší hodnotou. Uvedený rozdíl mezi materiály znamená snížení tekutosti materiálů 6395, 6396, 6397 a 6398 vůči výchozímu materiálu 2067-pr.

Poměr MFR lze považovat za jiný způsob vyjádření šířky distribuce molárních hmotností. Velké hodnoty MFR znamenají širokou distribuci, nízké hodnoty úzkou distribuci molárních hmotností. Srovnání výsledků MFR a D vidíme na obr. 46. Použití měkké sestavy segmentů, případně mazadla DYNAMAR FX9613 a stabilizátoru NAUGARD 445, při granulaci na tvrdé sestavě segmentů vedlo k širší molární distribuci experimentálních materiálů.



Obr. 46: Porovnání šířky distribuce molárních hmotností vyjádřené parametry D a MFR

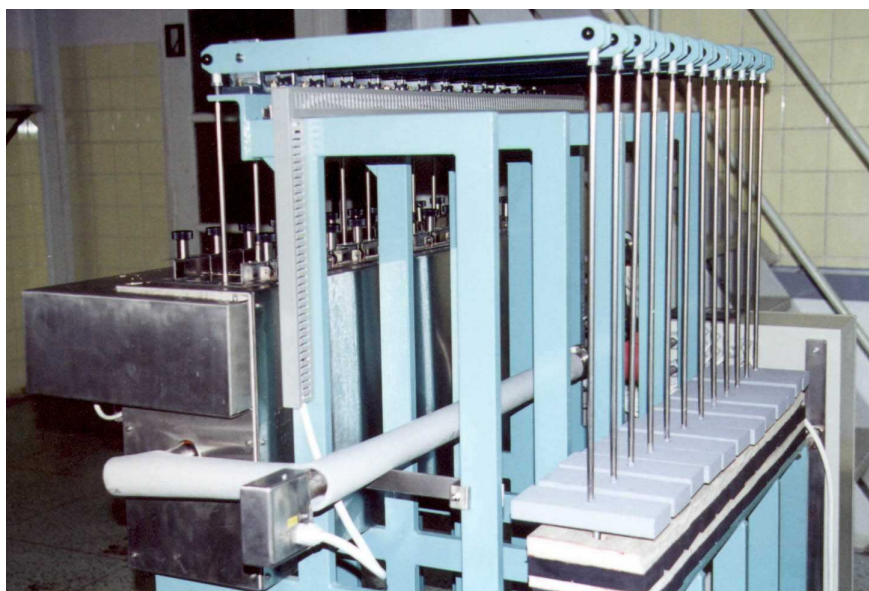
9.1.4 Hodnocení z hlediska pomalého šíření trhliny (SCG)

FNCT test

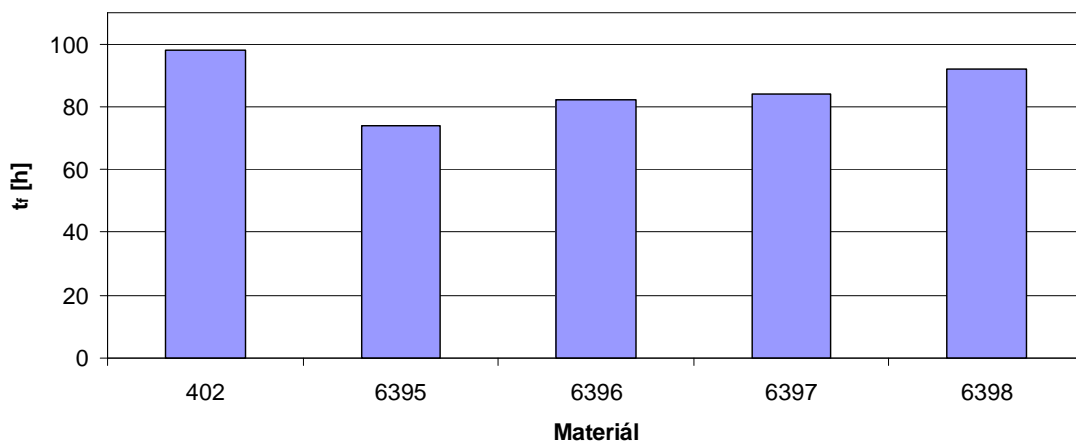
Pro hodnocení odolnosti nativních trubkových materiálů proti meznímu stavu SCG byla zvolena metoda FNCT testu. Uvedená zkouška a příprava zkušebních těles byla provedena v akreditované laboratoři na pracovišti Polymer Institutu Brno, spol. s r. o. Zkušební tělesa byla získána obráběním z lisované 10 mm tlusté desky o rozměrech 130×130 mm. Desky byly lisovány v souladu s normou ČSN ISO 293 [100]. Zkušební tělesa měla tvar hranolu o rozměrech 10×10×100 mm. Žiletkou do nich byl připraven obvodový vrub do hloubky 1,6 mm. Geometrie zkušebních těles je znázorněna na obr. 18a. Zkouška byla provedena na zkušební stanici pro FNCT test (obr. 47). Podmínky zkoušky splňovaly požadavky stanovené normou ISO 16 770 [75]. Teplota zkoušky 80 °C, zkušební napětí 4 MPa, 2 % vodní roztok Acropalu N110. Zvolené hodnoty nominálních napětí byly 3,25 MPa, 3,75 MPa, 4,5 MPa a 4,75 MPa. Pro každý materiál byla zkoušena celkem 3 zkušební tělesa. Ze zjištěných závislostí aplikovaného napětí σ_L na čase do lomu t_f byly pro zvolenou hodnotu zkušebního napětí stanoveny časy do lomu jednotlivých materiálů (tab. 14). Výsledné hodnoty časů do lomu jednotlivých materiálů jsou srovnány ve sloupcovém grafu na obr. 48.

Tab. 14: Časy do lomu t_f jednotlivých materiálů stanovené při FNCT testu

Materiál	402-pr	6395	6396	6397	6398
t_f [h]	99,8	73,8	82,2	84,1	92,0



Obr. 47: Zkušební stanice pro FNCT test

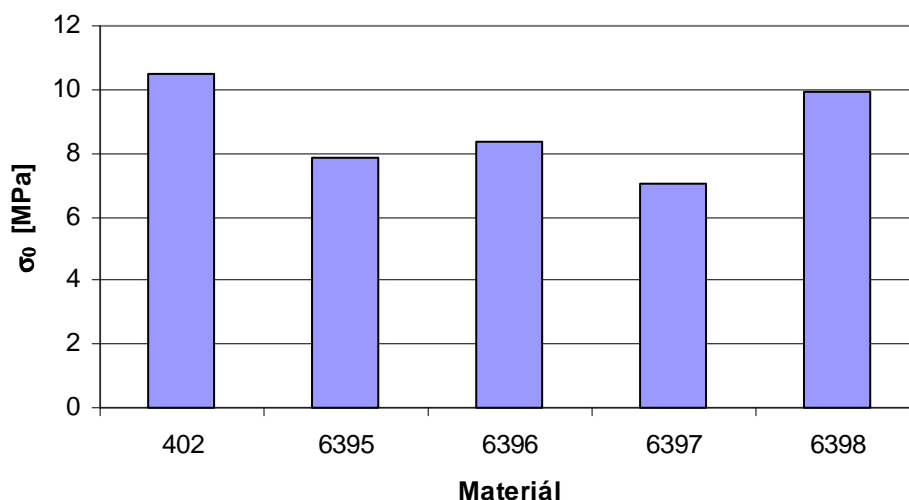


Obr. 48: Časy do lomu t_f jednotlivých experimentálních materiálů

Multi-rychlostní test

Zkouška byla provedena na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020, který je instalován na pracovišti Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně. Příprava zkušebních těles byla provedena na pracovišti Polymer Institutu Brno, spol. s r. o., kde byla z lisovaných desek [100] tloušťky 1 mm o rozměrech 130×130 mm vyražena zkušební tělesa typ V podle standardu [96].

Zkouška byla provedena při teplotě 23 °C, byl použit snímač síly 2,5 kN a průtahoměr s třídou přesnosti 0,5. Pro zkoušku byly zvoleny tři řádově se lišící deformační rychlosti a to konkrétně $1,52 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $1,52 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ a $1,52 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, kterým odpovídají zkušební rychlosti 3 mm/min, 30 mm/min a 300 mm/min. Ze získaných tahových diagramů byly stanoveny hodnoty meze kluzu σ_y a hodnoty napětí při dloužení vzorků σ_{DR} (obr. 21a). Uvedené hodnoty byly vyneseny do závislosti na deformační rychlosti $\dot{\epsilon}$, ze které byla následně stanovena hodnota efektivního napětí σ_0 (obr. 21b). Výsledné hodnoty efektivního napětí σ_0 jsou uvedeny v tab. 15. Nativní trubkové materiály byly na základě efektivního napětí porovnány mezi sebou z hlediska odolnosti proti SCG (obr. 49).



Obr. 49: Efektivní napětí σ_0 trubkových materiálů

Tab. 15: Hodnoty efektivního napětí σ_0

Materiál	402-pr	6395	6396	6397	6398
σ_0 [MPa]	10,5	7,8	8,3	7,0	9,9

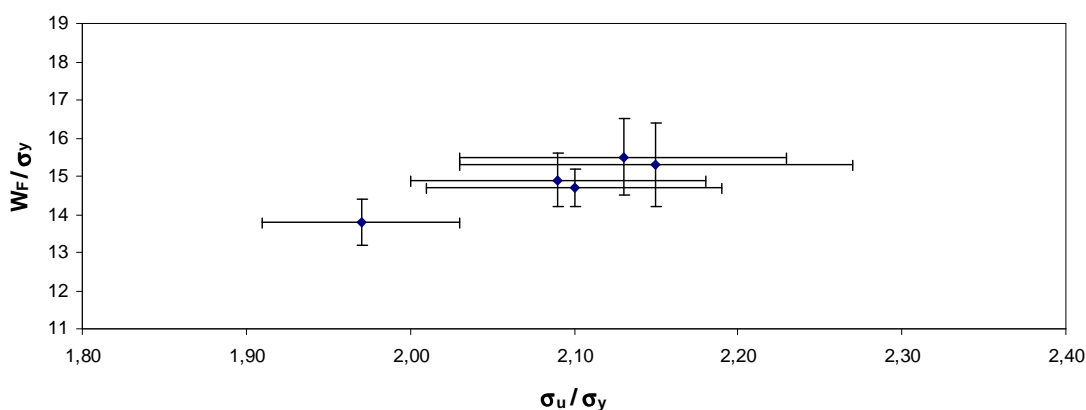
Normovací test

Zkouška byla provedena na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020, který je instalován na pracovišti Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně. Příprava zkušebních těles byla provedena na pracovišti Polymer Institutu Brno, spol. s r. o. Z lisovaných desek tloušťky 1 mm o rozměrech 130×130 mm, které byly lisovány podle [100], byla vyražena zkušební tělesa typ V podle [96]. Zkouška probíhala při teplotě $T = 23^\circ\text{C}$, byl použit snímač síly 2,5 kN a přemístění bylo snímáno z polohy příčnicku. Zvolená deformační rychlost $\dot{\epsilon} = 0,0202\text{ s}^{-1}$ [67] odpovídala zkušební rychlosti 20 mm/min.

Ze získaných tahových diagramů byly odečteny hodnoty meze pevnosti σ_u a celkové práce do lomu W_F , které byly normovány hodnotou meze kluzu σ_y (obr. 22). Získané bezrozměrné podíly σ_u/σ_y a W_F/σ_y jsou uvedeny v tab. 16 a dále byly vyneseny do grafu (obr. 50). Na jejich základě byly materiály navzájem porovnávány z hlediska odolnosti proti SCG.

Tab. 16: Výsledky normovacího testu

Materiál	402	6395	6396	6397	6398
σ_u/σ_y [-]	2,15 $\pm 0,12$	1,97 $\pm 0,06$	2,09 $\pm 0,09$	2,10 $\pm 0,09$	2,13 $\pm 0,10$
W_F/σ_y [-]	15,3 $\pm 1,1$	13,8 $\pm 0,6$	14,9 $\pm 0,7$	14,7 $\pm 0,5$	15,5 $\pm 1,0$



Obr. 50: Výsledky normovacího testu

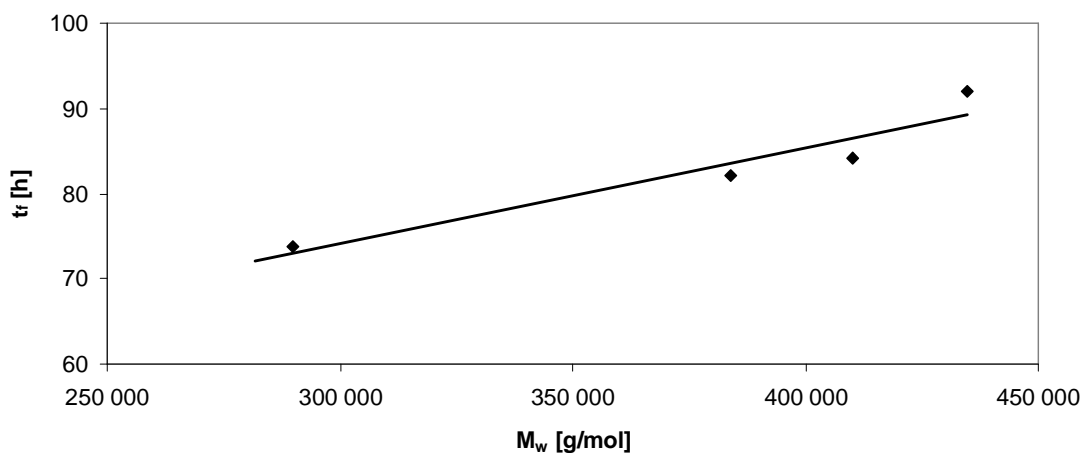
Dílčí diskuse výsledků hodnocení z hlediska pomalého šíření trhliny

Byly provedeny 3 různé zkoušky zaměřené na hodnocení odolnosti experimentálních nativních typů HDPE druhé generace (PE80) proti pomalému šíření trhliny. Konkrétně byl použit standardizovaný FNCT test [75], který je rozšířen pro urychlené zkoušky zejména v Evropě. Vzhledem k tomu, že u nových typů trubkových materiálů může tento test trvat až 1 rok je pojem „urychlený test“ značně relativní. Současný trend

v oblasti hodnocení odolnosti trubkových materiálů jsou krátkodobé alternativní zkoušky vycházející z tahové zkoušky. Dvě z těchto zkušebních metod jsme také při hodnocení experimentálních materiálů použili [29, 67].

Na základě výsledků FNCT testu vyjádřených hodnotou času do lomu t_f je zřejmé, že nejvyšší odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG) vykazuje materiál označený jako 402. Nejnižší hodnotu času do lomu t_f má materiál označený jako 6395. Vyšší hodnoty času do lomu t_f byly stanoveny u materiálů, které byly připraveny na měkké sestavě segmentů. Srovnáme-li materiály 6395 a 6396 ukazuje se, že přítomnost mazadla DYNAMAR FX9613 a stabilizátoru NAUGARD 445 vedla ke zvýšení odolnosti materiálu proti SCG. Z uvedeného tedy vyplývá, že snížení energetického vstupu při granulaci vede k vyšší odolnosti materiálů proti SCG.

Na obr. 51 je zobrazena závislost času do lomu t_f na hodnotách hmotnostně střední molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů. Ve sledované skupině materiálů 6395, 6396, 6397 a 6398 roste čas do lomu t_f s rostoucí molární hmotností M_w .

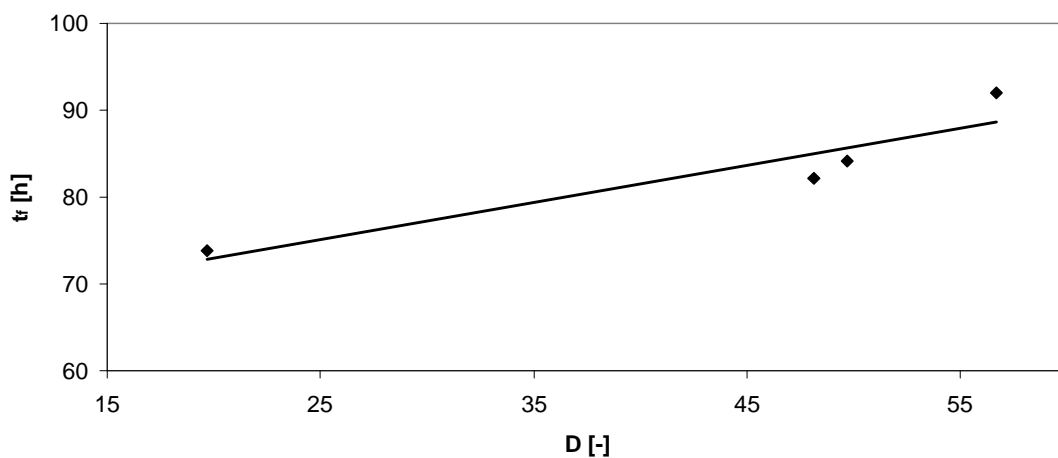


Obr. 51: Závislost času do lomu t_f na hmotnostně střední molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů

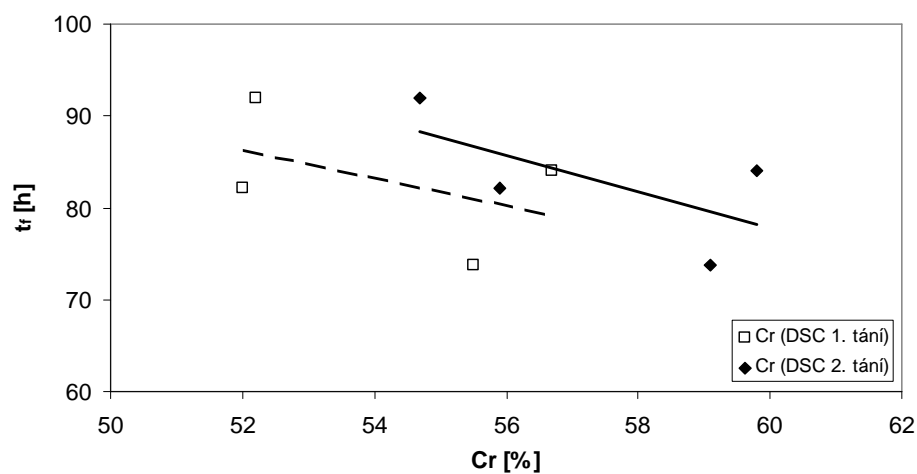
Vliv šířky distribuce molárních hmotností na odolnost materiálu proti SCG je vyjádřen závislostí času do lomu t_f na stupni polydisperzity D na obr. 52. S rostoucí šířkou distribuce molární hmotnosti roste čas do lomu t_f a tedy i odolnost materiálu proti SCG.

Širší distribuce molekulových hmotností představuje přítomnost jak nízkomolekulární, tak i vysokomolekulární frakce. Na obr. 51 vidíme pozitivní vliv vysokomolekulární frakce materiálu (vyjádřený formou M_w) na jeho odolnost proti SCG. Nízkomolekulární frakce ji pak chrání (maže) při zpracování materiálu a brání její porušování při granulaci.

Vliv krystalinity Cr na odolnost materiálu proti SCG je zobrazen na obr. 53. S rostoucí krystalinitou Cr klesá odolnost materiálů proti SCG, což souvisí s nižším obsahem spojovacích molekul a může tak odrážet změny vnitřní struktury matrice způsobené rozdílnými podmínkami granulace výchozího polymeru.

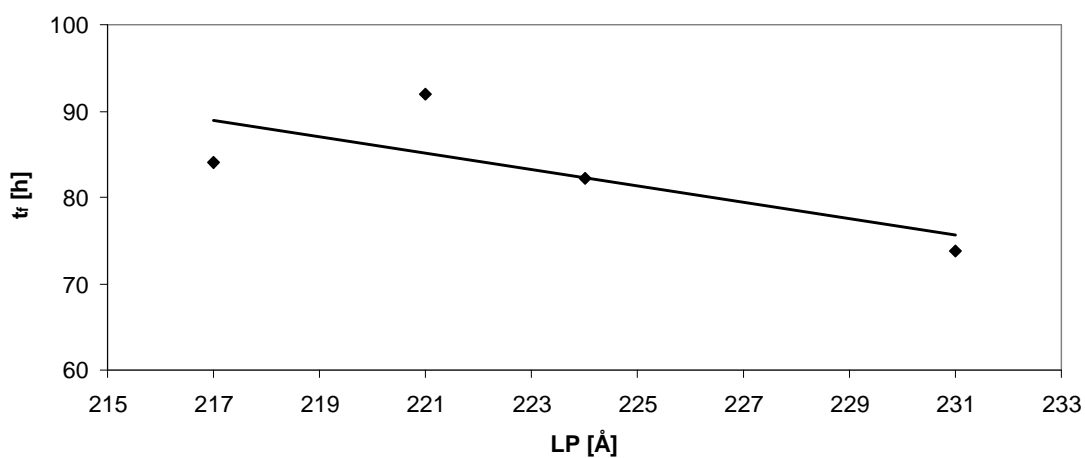


Obr. 52: Závislost času do lomu t_f na stupni polydisperzity D



Obr. 53: Závislost času do lomu t_f na stupni krystalinity Cr

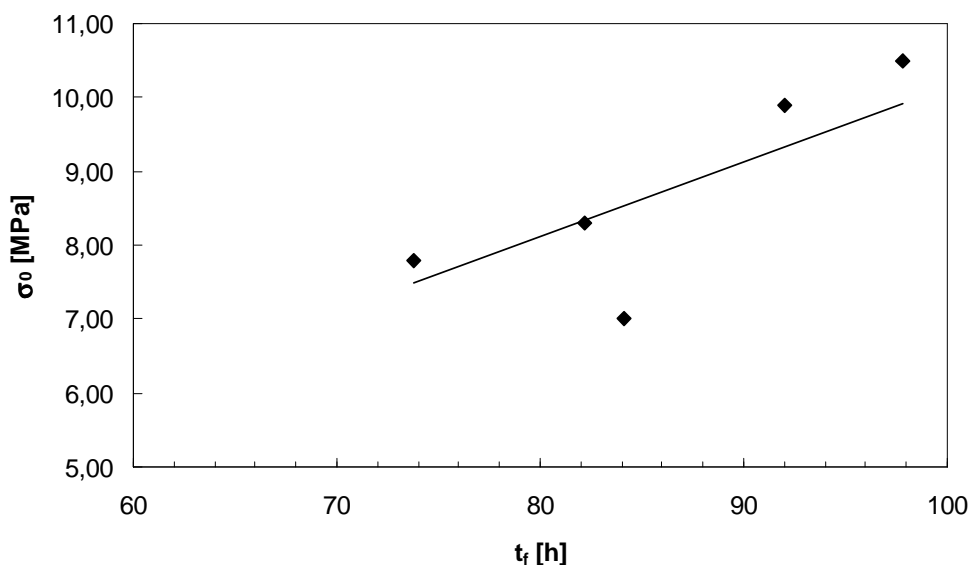
Na obr. 54 je uvedena závislost času do lomu t_f na dlouhé periodě LP . Hodnoty času do lomu t_f klesají s rostoucí tloušťkou lamely definovanou dlouhou periodou.



Obr. 54: Čas do lomu t_f jako funkce dlouhé periody LP

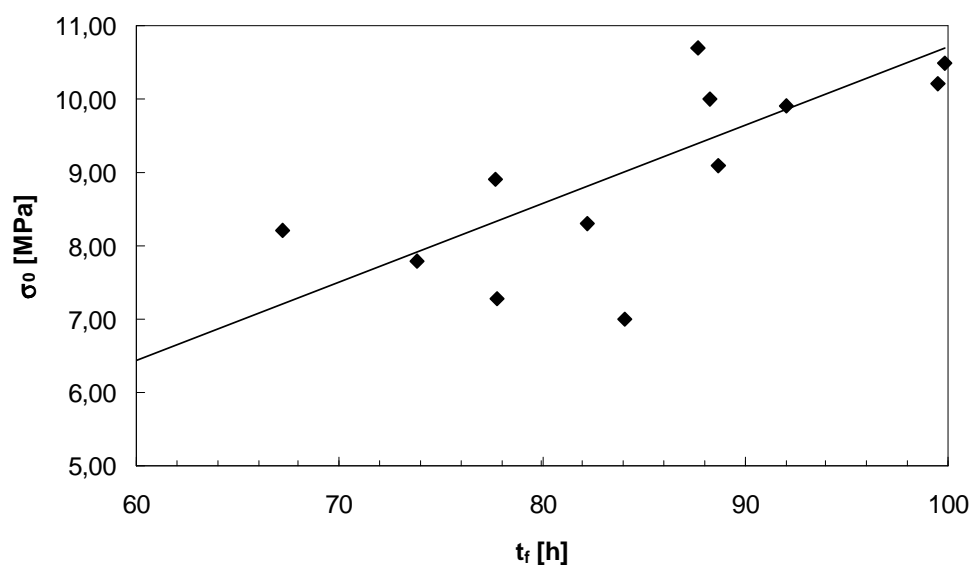
Výsledky normovacího testu jsou zobrazeny na obr. 50. Materiály vyskytující se v grafu vlevo dole mají nižší odolnost proti pomalému šíření trhliny než materiály umístěné vpravo nahoře. Nejnižší odolnost proti pomalému šíření trhliny tedy vykazuje materiál označený jako 6395 a nejvyšší pak materiál označený jako 402. Také pořadí ostatních materiálů odpovídá výsledkům FNCT testu. Nicméně z uvedených výsledků je zřejmé, že tato metoda je vhodná spíše pro oddělení velmi špatných materiálů z hlediska jejich potenciální odolnosti proti SCG od těch ostatních.

Na obr. 49 jsou graficky zobrazeny výsledky multi-rychlostního testu. Materiály s vyšší hodnotou efektivního napětí σ_0 mají také vyšší odolnost proti pomalému šíření trhliny. Je zřejmé, že nejvyšší odolnost proti pomalému šíření trhliny vykazuje materiál označený jako 402. Nejnižší hodnotou efektivního napětí σ_0 a tedy i odolnost proti pomalému šíření trhliny vykazuje materiál 6395. Materiál 6397 se od ostatních materiálů liší tím, že neobsahuje saze (stabilizátor proti UV záření), které v materiálu mohou působit jako defekty, místa teoretické iniciace porušení. Na obr. 55 je zobrazena vzájemná korelace mezi výsledky FNCT testu a multi-rychlostního testu. Dobrá korelace mezi výsledky FNCT testu a multi-rychlostního testu byla potvrzena také na materiálech třetí generace PE100 a PE100 RC [104]. Mimo rozsah experimentálních materiálů zpracovaných v rámci této disertační práce byla uvedená korelace potvrzena na širší skupině nativních materiálů druhé generace (obr. 56).



Obr. 55: Závislost efektivního napětí stanoveného multi-rychlostním testem na času do lomu stanovenému při FNCT testu

Z uvedených výsledků je zřejmé, že zejména multi-rychlostní test může být použit pro rychlou klasifikaci materiálů a jejich vzájemné porovnání z hlediska jejich potenciální odolnosti proti pomalému šíření trhliny, respektive meznímu stavu křehkého lomu po dlouhé době provozu [103].

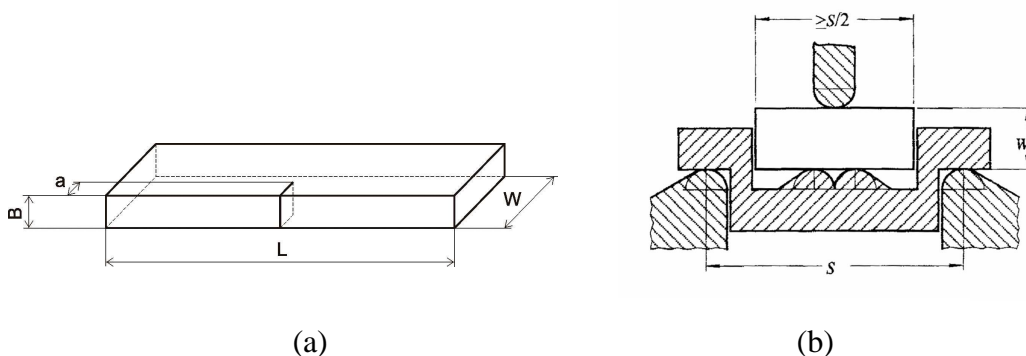


Obr. 56: Závislost efektivního napětí stanoveného multi-rychlostním testem na času do lomu stanovenému při FNCT testu, pro širší skupinu HDPE materiálů druhé generace

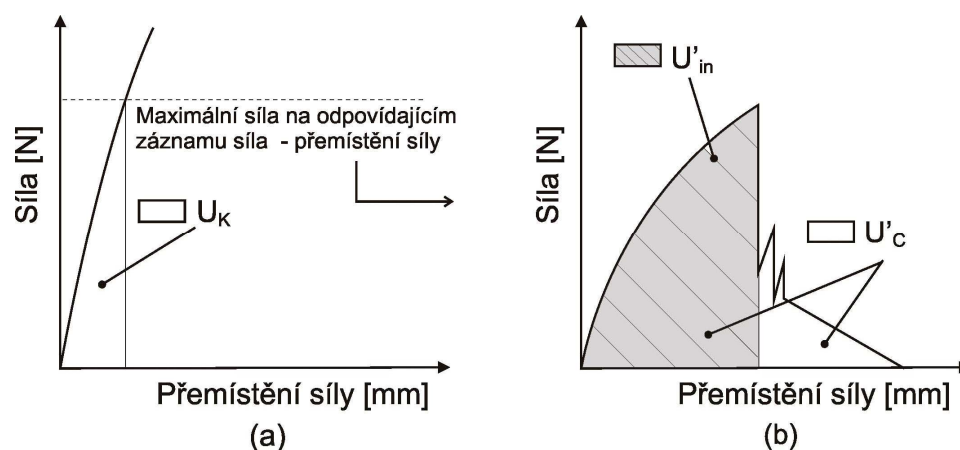
9.1.5 Hodnocení z hlediska rychlého šíření trhliny (RCP)

PSI Test

PSI test byl proveden na pracovišti Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně na Charpyho instrumentovaném kladivu PSW 300E MFL, které bylo vybaveno tenzometrickým snímačem síly a indukčním snímačem polohy beranu. Zkušební tělesa byla vyrobena na pracovišti Polymer Institutu Brno, spol. s r. o. obráběním z lisované [100] desky tloušťky 3 mm o rozměrech 130×130 mm. Geometrie zkušební tělesa je uvedena na obr. 57a. Délka zkušební tělesa $L = 80$ mm, tloušťka $B = 3$ mm a šířka $W = 10$ mm. Do zkušebních těles byly na téže pracovišti na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z010 připraveny zatlačováním žiletky ostré defekty do hloubky $a = 2,5$ mm. Rychlost vrubování byla volena dostatečně nízká (0,33 mm/min), aby při vrubování nedošlo ke vzniku velké plastické zóny na čele defektu. Pro každý materiál bylo hodnoceno celkem 16 zkušebních těles, 8 při teplotě 23 °C a 8 při teplotě 0 °C. Kondicionace vzorků na teplotu 0 °C probíhala ve směsi vody s ledem po dobu 2 hodin.



Obr. 57: (a) Geometrie PSI zkušební tělesa, (b) schéma přípravku pro stanovení korekce



Obr. 58: (a) Korekční závislost při PSI testu, (b) Závislost síla – přemístění síly při PSI testu

Ze získaného záznamu síla – přemístění síly byla stanovena jak celková energie U'_c potřebná na porušení vzorku, tak i hodnota iniciační energie U'_{in} potřebná na iniciaci porušení z předem připraveného defektu (obr. 58b). Tyto energie byly použity podle vztahu (25) pro výpočet hodnot dynamické lomové houževnatosti (stanovené za podmínek rovinné napjatosti) $G_{D,C}$ a $G_{D,in}$. Pro každý materiál byla také provedena korekce na zatlačování bříty beranu a opěr do materiálu. Přípravek použitý pro výše zmíněnou korekci je znázorněn na obr. 57b. Z korekční závislosti síla – přemístění síly byla stanovena hodnota korekční energie U_K (obr. 58a). Korigované hodnoty celkové i iniciační energie byly stanoveny podle následujících vztahů:

$$U_c = U'_c - U_K \quad (38)$$

$$U_{in} = U'_{in} - U_K \quad (39)$$

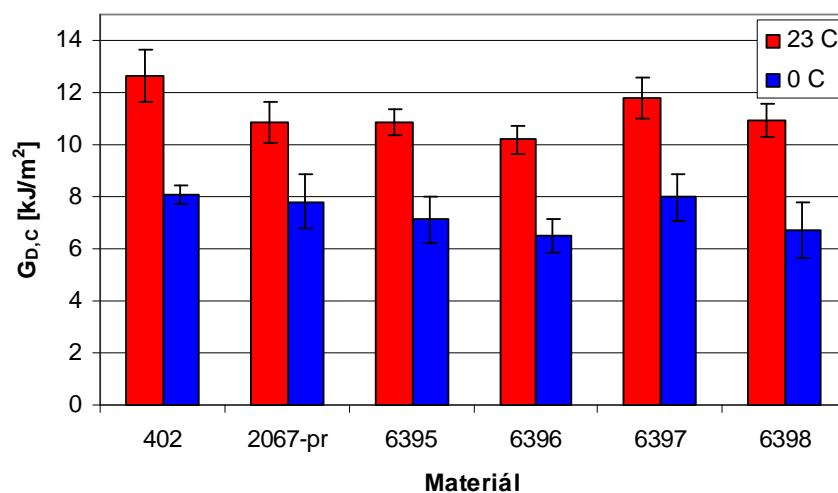
Získané korigované hodnoty celkové a iniciační energie byly použity, ve vztahu (25), pro výpočet hodnot dynamické lomové houževnatosti (stanovené za podmínek rovinné napjatosti) $G_{D,C} (cor)$ a $G_{D,in}(cor)$. Výsledky PSI testu jsou souhrnně uvedeny v tab. 17 a 18. Srovnání jednotlivých materiálů je graficky znázorněno formou sloupcových grafů na obr. 59 až 62.

Tab. 17: Výsledky PSI testu při teplotě 23 °C

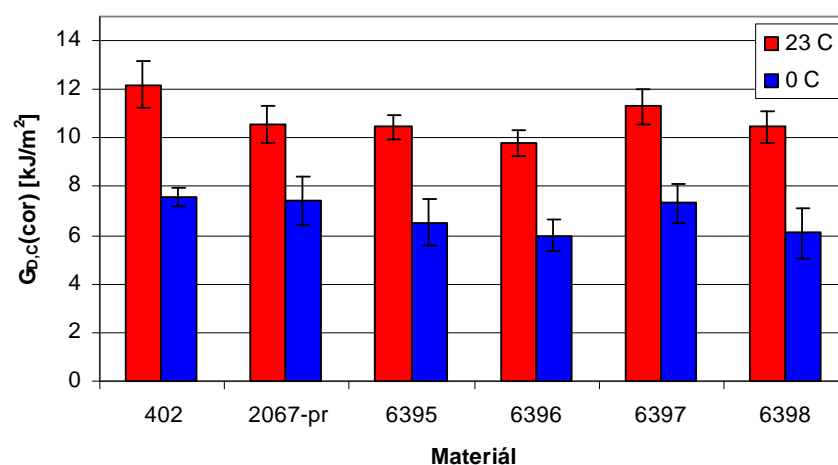
Materiál	402	2067-pr	6395	6396	6397	6398
$G_{D,C}$ [kJ/m ²]	12,6 ±1,0	10,8 ±0,8	10,9 ±0,5	10,2 ±0,5	11,8 ±0,8	10,9 ±0,6
$G_{D,C}(cor)$ [kJ/m ²]	12,2 ±1,0	10,5 ±0,8	10,5 ±0,5	9,8 ±0,5	11,3 ±0,7	10,4 ±0,6
$G_{D,in}$ [kJ/m ²]	5,1 ±0,6	4,4 ±0,2	4,8 ±0,2	4,4 ±0,6	5,3 ±0,7	4,8 ±0,1
$G_{D,in}(cor)$ [kJ/m ²]	4,7 ±0,5	4,1 ±0,2	4,4 ±0,2	3,9 ±0,6	4,8 ±0,6	4,3 ±0,1

Tab. 18: Výsledky PSI testu při teplotě 0 °C

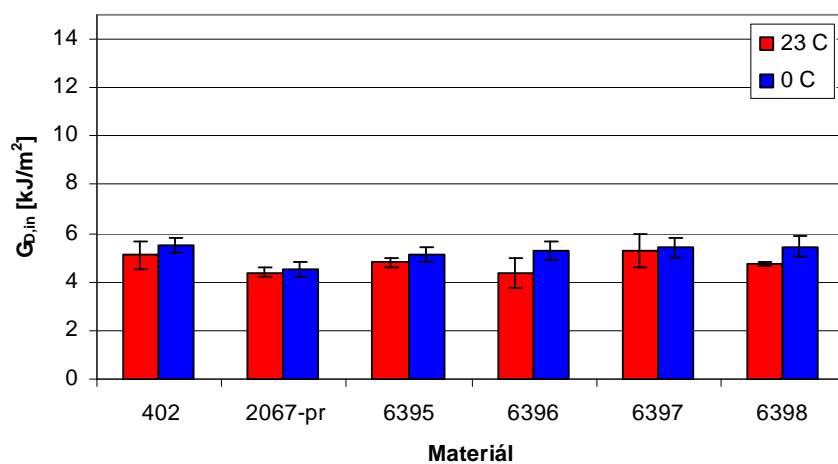
Materiál	402	2067-pr	6395	6396	6397	6398
$G_{D,C}$ [kJ/m ²]	8,1 ±0,4	7,8 ±1,0	7,1 ±0,9	6,5 ±0,7	8,0 ±0,9	6,7 ±1,1
$G_{D,C}(cor)$ [kJ/m ²]	7,6 ±0,4	7,4 ±1,0	6,5 ±0,9	6,0 ±0,6	7,3 ±0,8	6,1 ±1,0
$G_{D,in}$ [kJ/m ²]	5,5 ±0,3	4,5 ±0,3	5,1 ±0,3	5,3 ±0,4	5,4 ±0,4	5,5 ±0,4
$G_{D,in}(cor)$ [kJ/m ²]	5,0 ±0,3	4,1 ±0,3	4,5 ±0,3	4,7 ±0,3	4,8 ±0,3	4,9 ±0,3



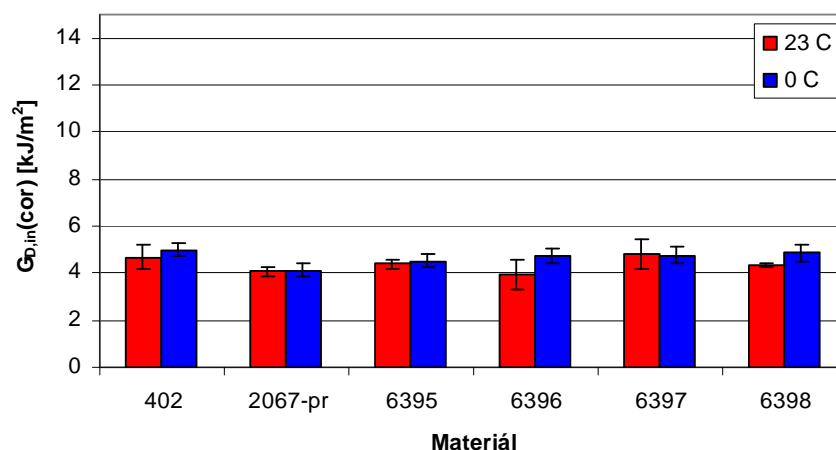
Obr. 59: Dynamická lomová houževnatost $G_{D,C}$ stanovená na základě celkové energie U'_C



Obr. 60: Dynamická lomová houževnatost $G_{D,C}(cor)$ stanovená na základě korigované hodnoty celkové energie U_C



Obr. 61: Dynamická lomová houževnatost $G_{D,in}$ stanovená na základě iniciační energie U'_{in}



Obr. 62: Dynamická lomová houževnatost $G_{D,in}(cor)$ stanovená na základě korigované hodnoty iniciační energie U_{in}

Dílčí diskuse výsledků hodnocení nativních materiálů z hlediska rychlého šíření trhliny (RCP)

Hodnocení experimentálních materiálů z hlediska odolnosti proti rychlému šíření trhliny bylo provedeno na základě PSI testu. Pro každý materiál byly stanoveny 4 hodnoty dynamické lomové houževnatosti $G_{D,C}$, $G_{D,C}(cor)$, $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$ za teploty 0 °C a 23 °C.

Hodnoty $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$ v sobě obsahují jak energii potřebnou pro iniciaci, tak i pro šíření trhliny. Uvedené hodnoty jsou používány při měření na neinstrumentovaných Charpyho kladivech, kde není možné rozdělit celkovou hodnotu energie potřebnou na porušení vzorku na jednotlivé složky.

V současné době lze pro toto hodnocení využívat i hodnoty $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$, protože moderní instrumentovaná Charpyho kladiva jsou již běžným vybavením specializovaných zkušebních laboratoří a umožňují stanovit energii potřebnou pro iniciaci trhliny.

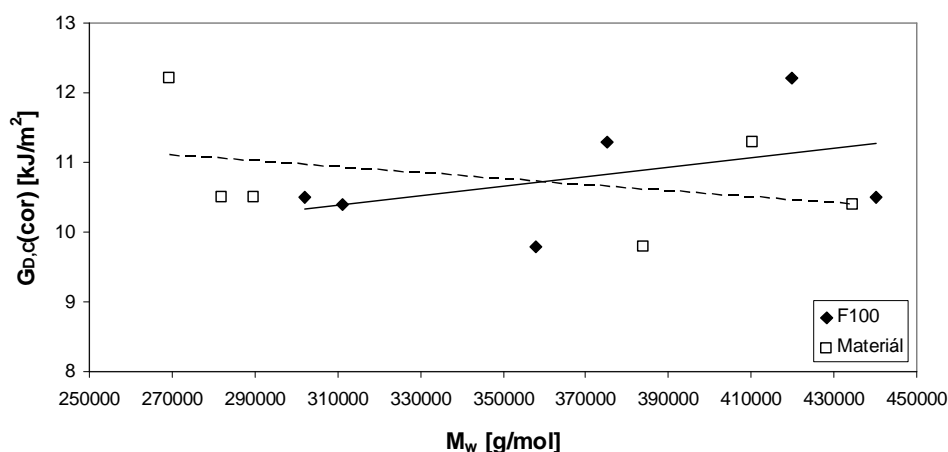
Z hlediska parametrů $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$ vykazují nejvyšší odolnost proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny materiály označené jako 402 a 6397. Nejnižší pak materiál označený jako 6396. Stejně pořadí materiálů bylo zjištěno jak při zkoušce za teploty 0 °C tak i 23 °C. Rozdíly mezi $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$ jsou u všech materiálů v rozmezí 0,3 až 0,5 kJ/m². Korekce nemá vliv na pořadí materiálů z hlediska odolnosti proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny.

Na základě parametrů $G_{D,in}$ vykazují za teploty 23 °C nejvyšší odolnost proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny materiály označené jako 402 a 6397. Nejnižší pak materiály označené jako 2067 a 6396. Nicméně z hlediska statistiky se jeví rozdíly mezi jednotlivými experimentálními materiály hodnocenými na základě parametru $G_{D,in}$ nebo $G_{D,in}(cor)$ jako nevýznamné. Platí to i pro výsledky zkoušek při teplotě 0 °C. Rozdíly mezi $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$ jsou u všech materiálů v rozmezí 0,3 až 0,6 kJ/m². Korekce nemá vliv na pořadí materiálů z hlediska odolnosti proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny.

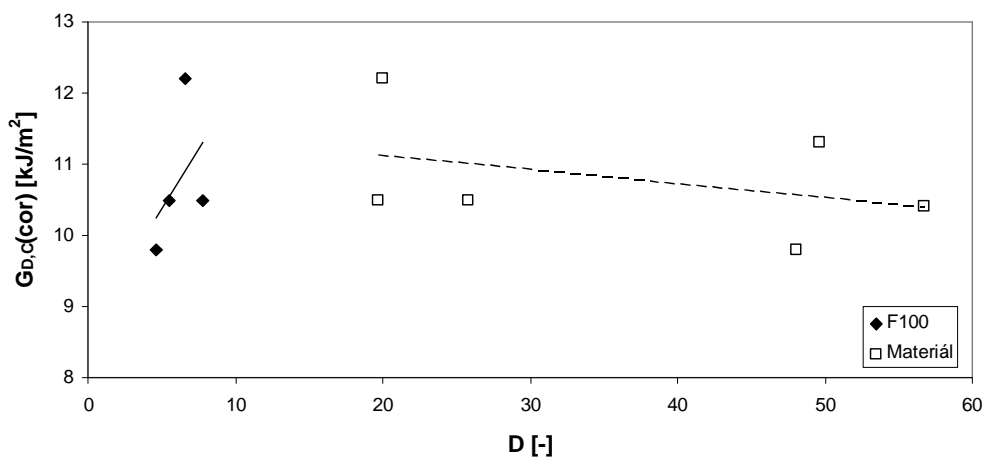
Z výsledků uvedených na obr. 59 až 62 je zřejmý rozdílný vliv snížení teploty zkoušky na sledované parametry. V případě parametrů $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$, které jsou spojeny s celkovou energií na porušení vzorku (tedy i s energií potřebnou na šíření trhliny), dochází k výraznému poklesu při teplotě 0 °C. Naopak v případě parametrů $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$ k poklesu hodnot při teplotě 0 °C nedochází. Tento rozdíl je způsoben energií potřebnou pro šíření trhliny, která je obsažena v parametrech $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$. Při teplotě 23 °C je proces šíření trhliny energeticky náročnější než při teplotě 0 °C, což je spojeno s omezením pohyblivostí molekul a jejich částí při snížené teplotě.

Na základě zjištěných výsledků se zdá být výhodnější použít pro hodnocení odolnosti proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny, pro rychlé porovnání jednotlivých materiálů mezi sebou, parametr $G_{D,C}$, případně $G_{D,C}(cor)$.

Na obr. 63 je znázorněn vliv hmotnostně střední molární hmotnosti M_w frakce F100 na parametr $G_{D,C}(cor)$. Zatímco hodnota parametru $G_{D,C}(cor)$ v závislosti na molární hmotnosti materiálu M_w klesá, vidíme, že vyšší hodnota molární hmotnosti M_w frakce F100 vede k lepší odolnosti materiálu vůči RCP. Obdobné výsledky můžeme sledovat i v případě vlivu stupně polydisperzity D frakce F100 (obr. 64). Z uvedených výsledků vyplývá významný vliv frakce F100 na odolnost materiálu proti RCP.

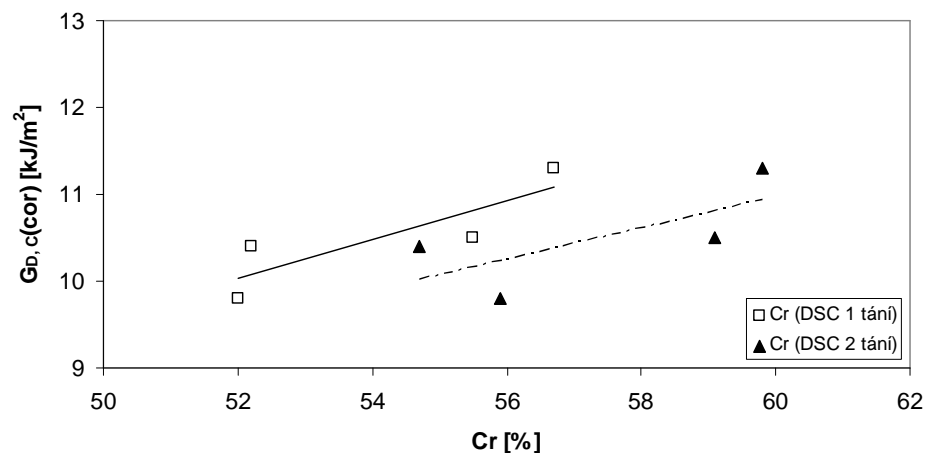


Obr. 63: Vliv molární hmotnosti M_w materiálů a molární hmotnosti M_w frakce F100 těchto materiálů na parametr $G_{D,C}(cor)$

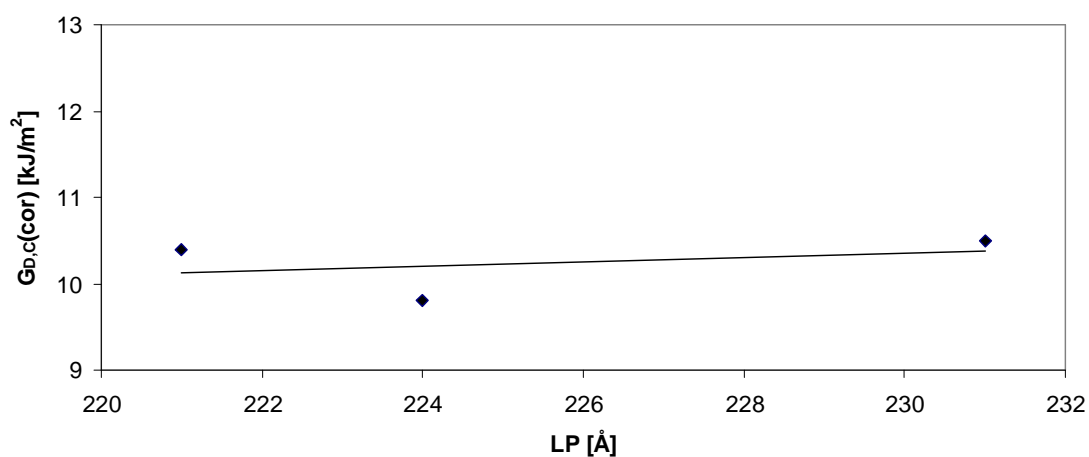


Obr. 64: Vliv stupně polydisperzity D materiálů a frakce F100 na parametr $G_{D,C}(cor)$

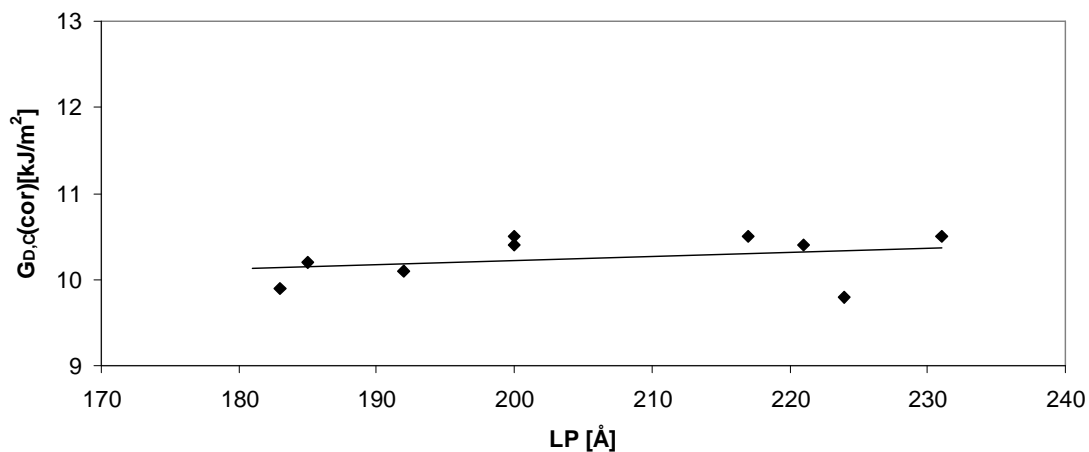
Na obr. 65 a 66 je uvedena závislost hodnot $G_{D,C}(cor)$ na strukturních parametrech, krystalinitě Cr a dlouhé periodě LP . Hodnota $G_{D,C}(cor)$ roste v závislosti na obou sledovaných parametrech.



Obr. 65: Dynamická lomová houževnatost $G_{D,C}(cor)$ stanovená při teplotě 23 °C jako funkce krystalinity Cr



Obr. 66: Dynamická lomová houževnatost $G_{D,C}(cor)$ stanovená při teplotě 23 °C jako funkce dlouhé periody LP



Obr. 67: Dynamická lomová houževnatost $G_{D,C}(cor)$ stanovená při teplotě 23 °C jako funkce dlouhé periody LP , závislost stanovená na širším souboru zkušebních vzorků

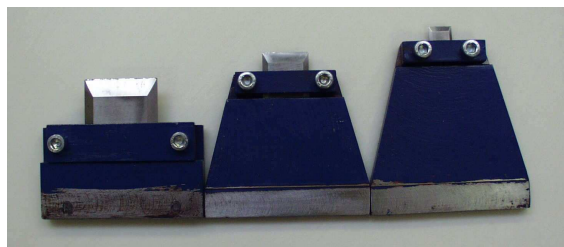
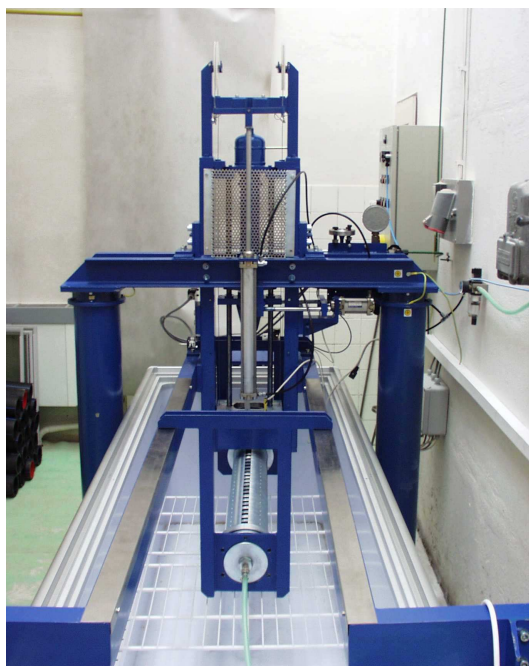
Na obr. 67 je znázorněn trend závislosti $G_{D,C}(cor)$ na LP . Pro potvrzení obecnější platnosti zjištěné závislosti byl výchozí soubor vzorků rozšířen o další provozní vzorky trubkových HDPE materiálů druhé generace, které byly dodány společností Polymer Institute Brno, spol. s r. o.

9.2 Monovrstvé trubky připravené z provozních typů HDPE

Zkouška byla provedena na pracovišti Polymer Institutu Brno, spol. s r. o., které je vybaveno zkušebním zařízením pro S4 test (obr. 68) dle ISO 13477 [85]. Vzhledem k nedostatečnému množství experimentálního materiálu potřebného pro extruzi trubek, nebylo možné provést tuto zkoušku na sledované sadě materiálů. Proto jsou zde uvedeny výsledky zkoušek 3 provozních typů materiálů HDPE druhé generace (včetně materiálu 402), které byly dodány společností Polymer Institute Brno, spol. s r. o.

Z těchto materiálů byly extrudovány zkušební trubky s vnějším průměrem 63 mm a délce odpovídající vztahu $7 \times d_n$, tedy 441 mm. Podmínky zkoušky byly následující: iniciační tlak 30 barů, teplota zkoušky 0 °C, doba kondicionace 3 dny, nárazová rychlost dopadajícího bříty 18 m/s. Trubky byly tlakovány vodou v rozsahu 1 až 5 barů.

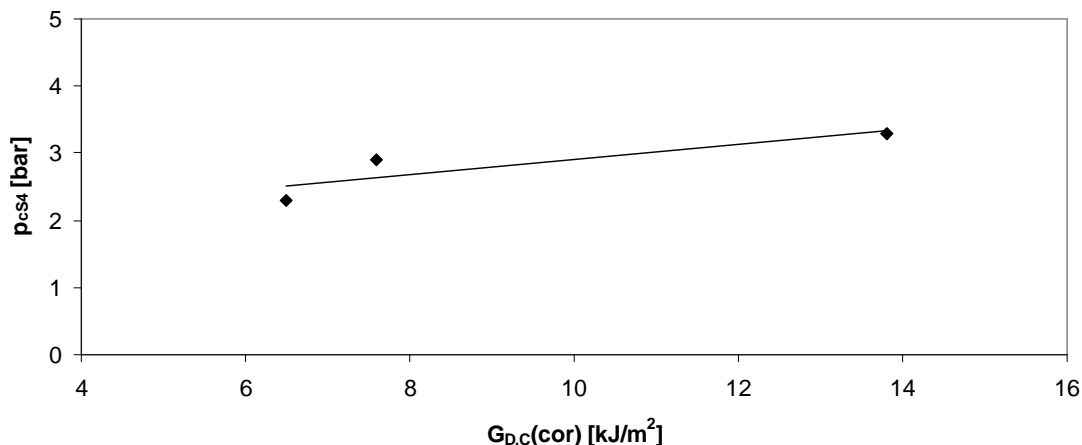
Výsledné hodnoty kritického tlaku p_{cS4} jsou uvedeny v tab. 19. Přestože je materiál ovlivněn svým zpracováním (extruzí trubky) a nejedná se tedy o materiál nativní, mohou být jeho výsledky odhadnuty pomocí PSI testu [87, 88, 89]. Srovnání výsledků PSI testu a zkoušky S4 je uvedeno na obr. 69. Na základě zjištěného trendu je zřejmé, že výsledky zkoušky PSI umožňují predikovat odolnost materiálů proti RCP. Výrazný rozdíl materiálu 2 od materiálů 402 a 1 byl způsoben použitím nového vývojového typu katalyzátoru.



Obr. 68: Zkušební zařízení pro S4 test

Tab. 19: Hodnoty kritického tlaku p_{cs4} a dynamické lomové houževnatosti $G_{D,C}(cor)$ stanovené při teplotě 0 °C

Materiál	402	1	2
p_{cs4} [bar]	2,9	2,3	3,3
$G_{D,C}(cor)$ [kJ/m ²]	7,6 ±0,4	6,5	13,8±0,4



Obr. 69 : Závislost kritického tlaku p_{cs4} na dynamické lomové houževnatosti $G_{D,C}(cor)$

9.3 Vícevrstvé trubky

V druhé části experimentů bylo studováno lomové chování komerčně vyráběných vícevrstevných trubek vzhledem k meznímu stavu pomalého šíření trhliny (SCG). Hodnocena byla jak vícevrstvá trubka s rozměrově připočitatelným ochranným pláštěm, tak i vícevrstvá trubka s integrovanou ochrannou vrstvou. Pro hodnocení byly použity přístupy lineárně elastické lomové mechaniky (LELM) a elasto plastické lomové mechaniky (EPLM), konkrétně součinitel intenzity napětí K_I a koncepce stanovení tzv. J-R křivky. Bylo navrženo několik typů zkušebních těles, která simulovala šíření trhlin v různých směrech. Zkušební tělesa byla připravena obráběním přímo z experimentálních trubek a měla tedy stejnou historii zpracování jako trubky samotné. Mimo „standardní tvary“ zkušebních těles byla zkoušena také nově navržená nestandardní ohybová SENB tělesa a tahová C tělesa z nehomogenního materiálu. Získané experimentální výsledky byly použity pro přípravu a optimalizaci numerického modelu navrženého na Ústavu fyziky materiálů AV ČR. Model slouží ke stanovení základního parametru LELM, součinitele intenzity napětí K_I charakterizujícího stav napětí na čele trhliny ve vícevrstevných trubkách. Uvedený numerický model byl publikován v řadě prací [105, 106, 107, 108, 110].

9.3.1 Experimentální materiál a jeho vlastnosti

Experimentálním materiálem pro studium lomového chování trubek byly dvě komerčně vyráběné vícevrstvé trubky. První studovaná trubka byla dvouvstevná trubka skládající se z nosné části trubky a připočitatelného ochranného pláště, který byl navlečen za tepla na již extrudovanou trubku. Druhá studovaná trubka byla třívrstvá trubka složená z nosné části trubky a vnější a vnitřní integrované ochranné vrstvy. Byla vyrobena metodou koextruze díky níž vznikly mezi jednotlivými vrstvami trubky pevné vazby.

Dvouvrstvá trubka s rozměrově připočitatelným ochranným pláštěm

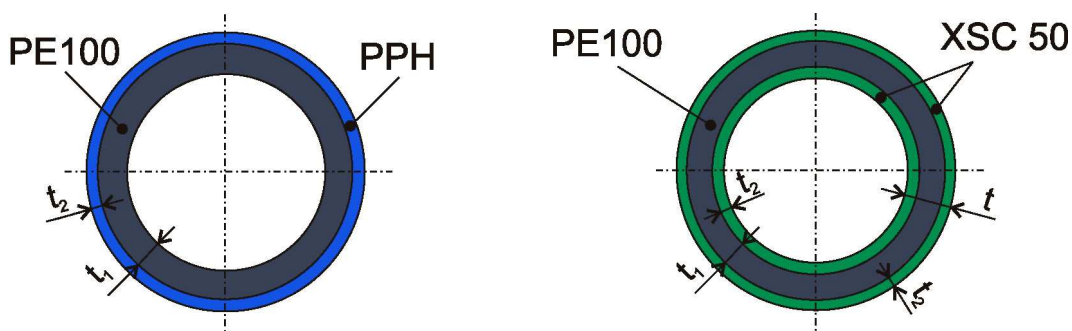
Experimentálně byla hodnocena komerčně vyráběná dvouvrstvá trubka GEROfit-R ($\varnothing 110$, SDR11, PN16) používaná pro vnější tlakové rozvody vody, získaná od společnosti GERODUR CZECH. Vnitřní (nosná) trubka byla z materiálu třetí generace PE100 s vnějším $\varnothing 110$ mm a tloušťkou stěny $t_1 = 10$ mm. Trubka byla potažena ochranným pláštěm tloušťky t_2 od 1,25 do 2,2 mm z modifikovaného PPH s vysokou odolností proti vrypům, oděru a jiným mechanickým poškozením. Díky ochrannému plášti je vhodná pro bezvýkopové způsoby pokládky. Schéma řezu trubkou je uvedeno na obr. 70.

Základní materiálové charakteristiky obou vrstev byly stanoveny na základě tahové zkoušky podle ČSN EN ISO 527-2 [96] na zkušebním stroji Zwick Z020 za následujících podmínek: teplota zkoušky 23 °C, -20 °C, -60 °C, rychlost zatěžování 1 mm/min, měřená délka 20 mm, průtahoměr s třídou přesnosti 0,5 a snímač síly s kapacitou 2,5 kN.

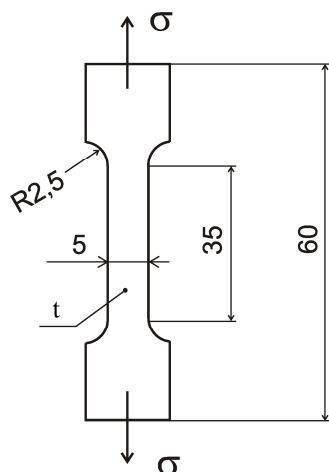
Zkušební tělesa (obr. 71) byla vyrobena frézováním přímo z jednotlivých vrstev experimentálních trubek. Zkušební tělesa připravená z vrstev PE100 měla v případě obou potrubí tloušťku $t = 4$ mm, zkušební tělesa z vrstev PPH (dvouvrstvá trubka) a XSC50 (třívrstvá trubka) měla tloušťku $t = 1,59$ mm respektive $t = 2$ mm. Materiálové charakteristiky jednotlivých vrstev dvouvrstvé trubky jsou uvedeny v tab. 20. Hodnoty Poissonova čísla ν byly uvažovány konstantní pro všechny materiály a zkušební teploty.

Tab. 20: *Mechanické charakteristiky jednotlivých vrstev dvouvrstvé trubky*

Materiál	T = 23 °C			T = -20 °C			T = -60 °C		
	E [MPa]	σ_y [MPa]	ν [-]	E [MPa]	σ_y [MPa]	ν [-]	E [MPa]	σ_y [MPa]	ν [-]
PE100	950 ± 47	21,5 $\pm 0,1$	0,35	1883 ± 70	37,1 $\pm 0,3$	0,35	2542 ± 64	49,4 $\pm 0,8$	0,35
PPH	1439 ± 26	29,5 $\pm 0,3$	0,35	3216 ± 235	45,4 $\pm 0,8$	0,35	3493 ± 86	64,4 $\pm 7,0$	0,35



Obr. 70: Schéma dvouvrstvé trubky (vlevo) a třívrstvé trubky (vpravo)



Obr. 71: Rozměry zkušebních těles pro zkoušku tahem, vyrobených přímo z jednotlivých vrstev experimentálních trubek

Třívrstvá trubka s integrovanou ochrannou vrstvou

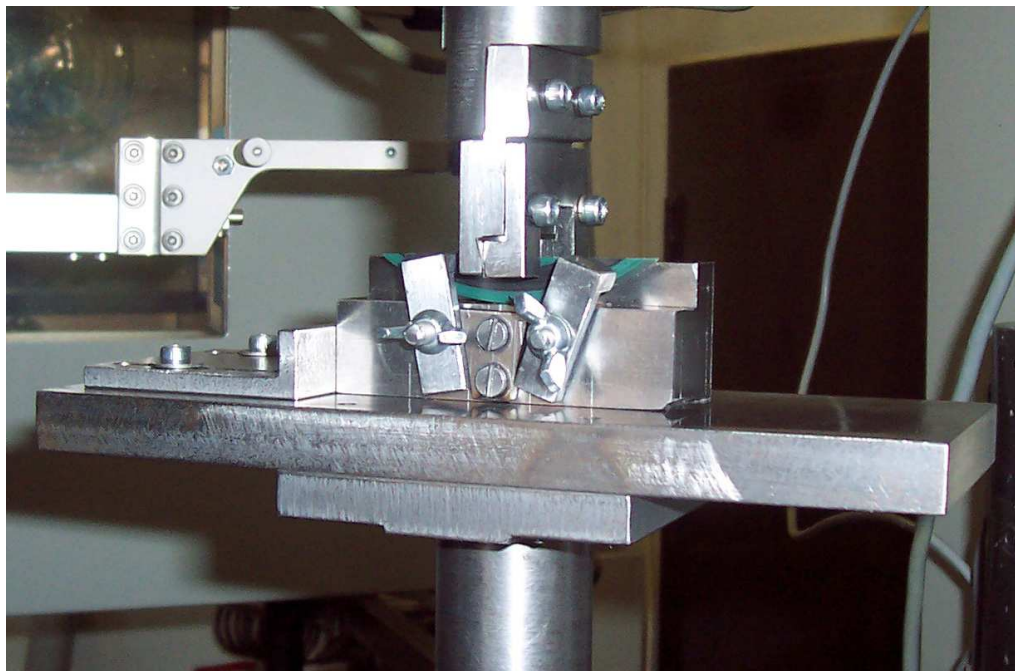
Druhý typ vícevrstvé trubky hodnocený v rámci této disertační práce byla komerčně vyráběná třívrstvá trubka Wavin TS (Ø110, SDR11, PN16) používaná na vnější tlakovou kanalizaci. Trubka byla získána od firmy EKOPLASTIK. Třívrstvá trubka byla složena z vnější a vnitřní integrované ochranné vrstvy z extrémně odolného speciálního typu PE (XSC 50) tloušťky $t_2 = 2,5$ mm a ze středové vrstvy z materiálu PE100 tloušťky $t_1 = 5$ mm. Celková tloušťka stěny trubky byla $t = 10$ mm a její vnější Ø 110 mm. Díky materiálovým vlastnostem XSC 50 a složení trubky z výše zmíněných tří vrstev, nabízí tato trubka větší spolehlivost v porovnání s klasickým PE potrubím v extrémních případech poškrábání povrchu či výskytu bodových zatížení. Poškození na povrchu potrubí ve formě povrchových vrypů nebo rýh je přípustné až do 20 % tloušťky stěny potrubí. Schéma řezu třívrstvou trubkou je uvedeno na obr. 70. Základní materiálové charakteristiky jednotlivých vrstev třívrstvé trubky jsou uvedeny v tab. 21.

Tab. 21: Mechanické charakteristiky jednotlivých vrstev trubky Wavin TS

Materiál	T = 23 °C			T = -20 °C			T = -60 °C		
	E [MPa]	σ_y [MPa]	ν [-]	E [MPa]	σ_y [MPa]	ν [-]	E [MPa]	σ_y [MPa]	ν [-]
PE100	1213 ± 28	20,0 ± 0,0	0,35	2347 ± 14	33,0 ± 2,5	0,35	3399 ± 91	48,0 ± 0,0	0,35
XSC 50	827 ± 34	16,0 ± 1,0	0,35	1774 ± 80	31,3 ± 0,3	0,35	2740 ± 99	45,0 ± 0,0	0,35

9.3.2 Vzorky pro experimentální hodnocení lomového chování vícevrstvých trubek

Pro hodnocení lomového chování vícevrstvých trubek byla zvolena jak již běžně zavedená zkušební tělesa, která vycházejí z návrhů těles pro zkoušky kovových materiálů, tak i nově navržená tělesa. Liší se svojí geometrií (tvarem) případně složením (jedná se o vícevrstvé – tedy nehomogenní materiály). Pro přípravu ostrého defektu byl navržen speciální přípravek (obr. 72).



Obr. 72: Vrubovací přípravek pro přípravu ostrého defektu zatlačováním žiletky na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020

Vzorky pro experimentální hodnocení odolnosti trubek proti SCG na základě parametrů LELM

Pro hodnocení vícevrstvých trubek z hlediska LELM, konkrétně lomové houževnatosti K_{IC} , byl navržen nový typ zkušebního tělesa. Modifikované nehomogenní SENB těleso, které simuluje iniciaci a šíření trhliny z defektu na vnitřní stěně trubky. Jedná se o stejný směr šíření trhliny ke kterému dochází při porušování trubek mechanismem SCG (růst trhliny radiálním směrem od vnitřní stěny trubky k povrchu). Orientace lomové plochy navržených zkušebních těles byla podle [109] C – R (normála lomové plochy ve směru obvodovém C – směr šíření trhliny ve směru radiálním R). Vzhledem k tomu, že se jedná o nehomogenní těleso mající navíc nestandardní tvar, muselo být o vhodnosti jeho použití rozhodnuto na základě numerického modelu [105, 106, 107, 108].

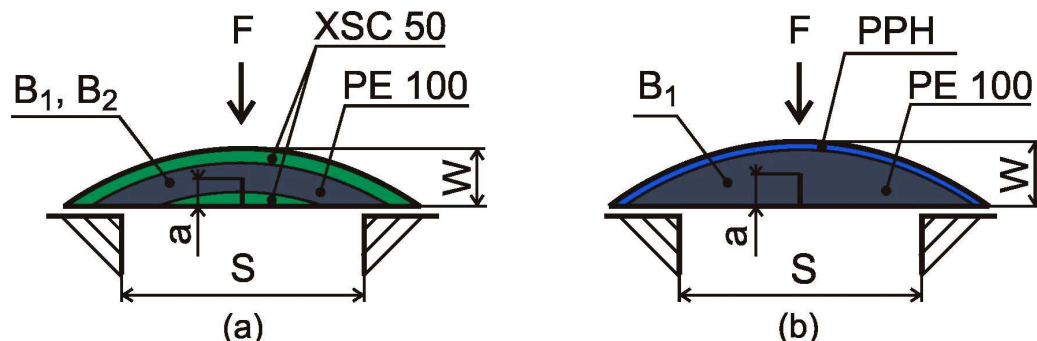
Dvouvrstvá trubka s rozměrově připočítatelným ochranným pláštěm

Z dvouvrstvé trubky byla obráběním připravena modifikovaná nehomogenní SENB tělesa tloušťky $B_1 = 10$ mm (obr. 73b). Zkušební tělesa byla opatřena V vrubem do hloubky 3 mm, který byl dále prodloužen zatlačováním ostré žiletky pomalou rychlostí (0,33 mm/min) na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020. Celková hloubka vrubu (délka trhliny) byla $a = 5,7$ mm. Čelo trhliny bylo umístěno ve střední vrstvě z materiálu PE 100. Šířka zkušebních těles byla $W = 12,15$ mm.

Třívrstvá trubka s integrovanou ochranou vrstvou

Z trubky Wavin TS byla obráběním připravena modifikovaná nehomogenní SENB zkušební tělesa tloušťky $B_1 = 10$ mm a $B_2 = 4$ mm (obr. 73a). Do zkušebních těles byl

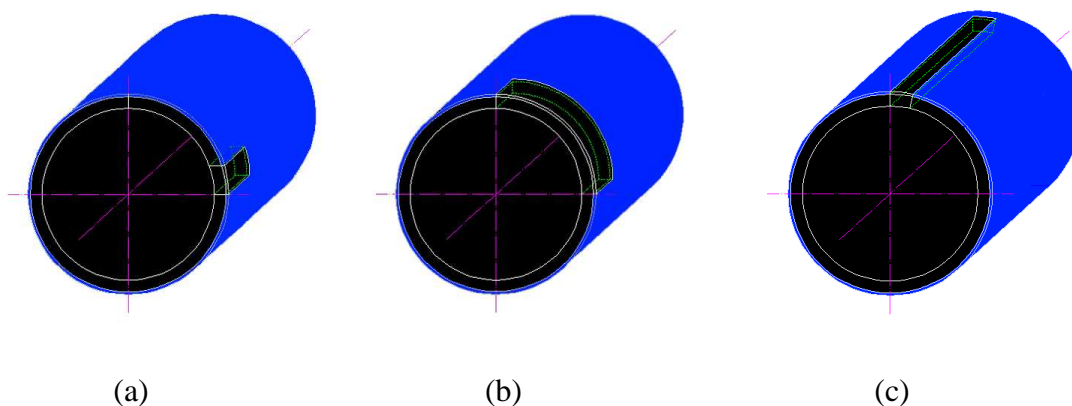
vyfrézován V vrub do hloubky 3 mm, který byl následně prodloužen zatlačováním ostré žiletky pomalou rychlostí (0,33 mm/min) na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020. V případě zkušebních těles tloušťky B_1 byla celková hloubka vrubu $a = 4,6$ mm. Zkušební tělesa tloušťky B_2 byla opatřena vruby o celkové hloubce 3,8 mm, 4,6 mm a 5,6 mm. Ve všech případech bylo čelo trhliny umístěno ve střední vrstvě z materiálu PE 100. Šířka zkušebních těles byla $W = 10$ mm.



Obr. 73: Modifikovaná nehomogenní SENB zkušební tělesa pro hodnocení trubky z hlediska parametrů LELM odebraná přímo z třívrstvé (a) a dvouvrtvé trubky (b)

Vzorky pro experimentální hodnocení odolnosti trubek proti SCG na základě parametrů EPLM

Pro hodnocení vícevrstevných trubek z hlediska EPLM, konkrétně koncepce J-R křivky (J integrálu) byla použita zkušební tělesa vycházející ze standardizovaných zkušebních těles pro zkoušky kovových materiálů. Byla použita zkušební tělesa typu CT, C a SENB. Orientace jednotlivých zkušebních vzorků vůči experimentálním trubkám je schematicky uvedena na obr. 74 (naznačeno na případu dvouvrtvé trubky, tělesa CT a SENB byla zkoušena bez ochranné vrstvy). V případě nehomogenních zkušebních těles typu C zatěžovaných tahem, bylo stejně jako v případě modifikovaných nehomogenních SENB těles nutné sestavit numerický model a ověřit vhodnost jejich použití pro odhad relevantních parametrů experimentálních trubek [105, 106, 107, 108].



Obr. 74: Schéma orientace zkušebních vzorků vůči experimentální dvouvrtvé trubce. (a) CT těleso, (b) C těleso, (c) SENB těleso

Dvouvrstvá trubka s rozměrově připočitatelným ochranným pláštěm

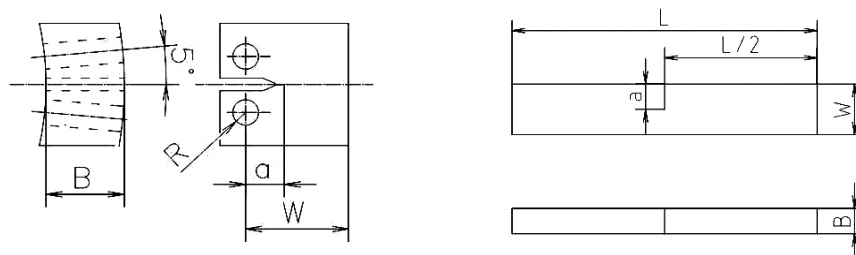
Z polyetylénové trubky byl odstraněn ochranný PP plášť a obráběním byly připraveny následující skupiny zkušebních těles:

Kompaktní tahová CT tělesa (obr. 75), která měla podle [109] orientaci C-L (normála lomové plochy ve směru obvodovém C – směr šíření trhliny ve směru podélném L) a simulovala šíření trhliny ve směru rovnoběžném s osou trubky. Geometrie a rozměry zkušebních těles byly voleny podle [77]. Tloušťka zkušebních těles byla $B = 10,56$ mm, šířka $W = 16$ mm a hloubka vrubu $a = 8$ mm. Vrub byl připraven frézováním do hloubky 6 mm a následně na univerzálním zkušebním stroji ZWICK Z 020 prodloužen pomalým (0,33 mm/min) zatlačováním ostré žiletky o další 2 mm.

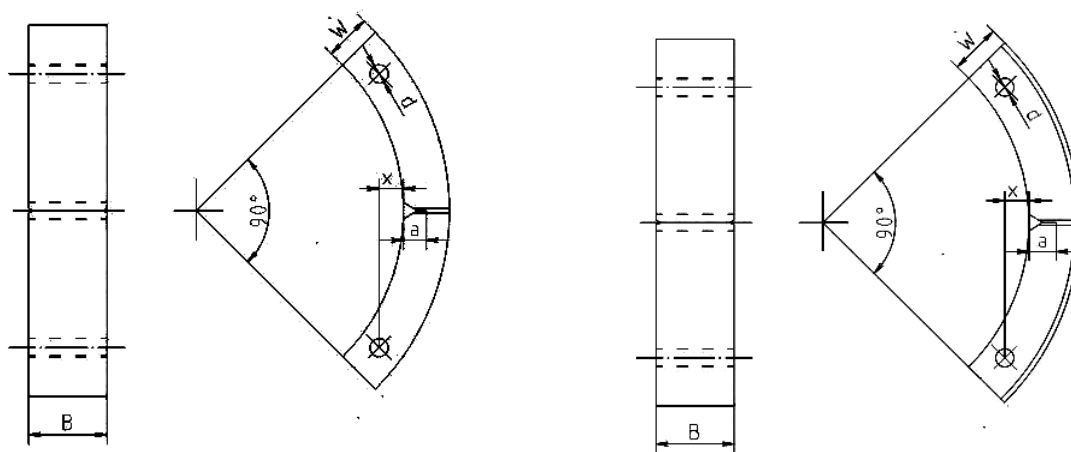
Homogenní tahová C-tělesa (obr. 76), která měla podle [109] orientaci C-R (normála lomové plochy ve směru obvodovém C – směr šíření trhliny ve směru radiálním R) a modelovala šíření trhliny v radiálním směru. Geometrie a rozměry zkušebních těles byly voleny podle [78, 109] tak, že platilo $x \approx 0,5$. Tloušťka zkušebních těles byla $B = 17$ mm, šířka $W = 10,56$ mm a hloubka vrubu $a = 5$ mm. Vrub byl stejně jako v předchozím případě připraven frézováním do hloubky 3 mm a následně prodloužen na univerzálním zkušebním stroji ZWICK Z020 zatlačením ostré žiletky pomalou rychlostí (0,33 mm/min) do hloubky 2 mm. Zkušební tělesa byla opatřena bočními vruby do hloubky 1 mm na každé straně.

Homogenní ohybová SENB tělesa (obr. 75), která měla podle [109] orientaci L-R (normála lomové plochy ve směru podélném L – směr šíření trhliny ve směru radiálním R) a modelovala šíření trhliny v radiálním směru. Geometrie a rozměry zkušebních těles byly voleny podle [77]. Tloušťka zkušebního tělesa byla $B = 5$ mm, šířka $W = 10$ mm, délka $L = 60$ mm a hloubka vrubu $a = 5$ mm. Vrub byl připraven na univerzálním zkušebním stroji ZWICK Z020 pomalým zatlačením (0,33 mm/min) ostré žiletky do hloubky 5 mm.

Poslední skupina zkušebních těles byla připravena obráběním z dvouvrstvé trubky, ze které nebyl odstraněn ochranný plášť, což umožnilo sledovat vliv ochranné PPH vrstvy na odolnost trubky proti SCG. Jednalo se o nehomogenní C tělesa (obr. 76), která měla podle [109] orientaci C-R a modelovala šíření trhliny v radiálním směru. Geometrie a rozměry zkušebních těles byly voleny podle [78,109] tak, že platilo $x \approx 0,5$. Tloušťka zkušebního tělesa byla $B = 17$ mm, šířka $W = 12,15$ mm a hloubka vrubu $a = 6$ mm. Vrub byl připraven frézou do hloubky 3 mm a následně prodloužen a zaostřen na univerzálním zkušebním stroji ZWICK Z020 pomalým (0,33 mm/min) zatlačením ostré žiletky do hloubky 3 mm. Zkušební tělesa byla opatřena bočními vruby do hloubky 1 mm na každé straně.



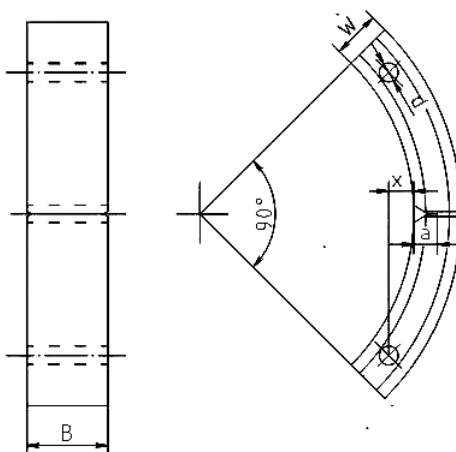
Obr. 75: Zkušební tělesa pro stanovení J-R křivky, CT těleso (vlevo) a SENB těleso (vpravo)



Obr. 76: Zkušební tělesa pro stanovení J-R křivky, homogenní C těleso bez ochranné PPH vrstvy (vlevo) a heterogenní C těleso s ochrannou PPH vrstvou (vpravo)

Třívrstvá trubka s integrovanou ochranou vrstvou

Vzhledem k tomu, že třívrstvá trubka byla zkoušena jako druhá až po zkouškách provedených na trubce dvouvrstvé, byly využity získané zkušenosti a pro zkoušky bylo zvoleno nehomogenní tahové C těleso tvořené ze všech tří vrstev (obr. 77). Geometrie byla volena podle [78, 109] tak, že platilo $x \approx 0,5$. Tloušťka zkušebního tělesa byla $B = 17$ mm, šířka $W = 10,51$ mm a hloubka vrubu $a = 5$ mm. Vrub byl připraven frézou do hloubky 3 mm a následně prodloužen a zaostřen na univerzálním zkušebním stroji ZWICK Z020 pomalým zatlačením (0,33 mm/min) ostré žiletky do hloubky 2 mm. Zkušební tělesa byla opatřena bočními vruby do hloubky 1 mm na každé straně.



Obr. 77: Zkušební nehomogenní C těleso z třívrstvé trubky pro stanovení J-R křivky

9.3.3 Numerický model experimentálních trubek a zkušebních těles

Na Ústavu fyziky materiálů AV ČR byly pomocí metody konečných prvků sestaveny numerické modely a provedeny odpovídající výpočty jak experimentálních vícevrstevných trubek, tak i navržených zkušebních těles (tahové C těleso a modifikované ohybové SENB těleso) [105, 110]. Klíčovou myšlenkou vedoucí k sestavení těchto modelů bylo hodnocení chování trhlin ve vícevrstevných trubkách. Byly stanoveny průběhy korekčních (tvarových) funkcí $f(a/W)$ pro oba navržené typy zkušebních těles.

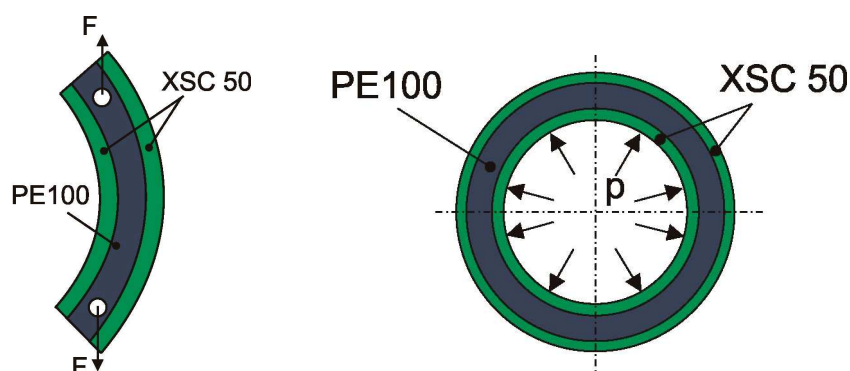
Dále bylo provedeno ověření přenositelnosti experimentálních výsledků stanovených na malých zkušebních tělesech odebraných přímo z těchto trubek na trubky samotné. Zbývající typy zkušebních těles do modelu zahrnuty nebyly. Jedná se totiž o běžně používané, zavedené a navíc homogenní typy zkušebních těles u nichž není pochyb o přenositelnosti výsledků na trubky samotné.

Pro posouzení lomového chování vícevrstvých trubek bylo nutné určit základní lomové parametry kterými lze popsat chování trhliny. Nejjednodušší praktickou aplikaci mají parametry lineárně elastické lomové mechaniky jako je součinitel intenzity napětí K a T -napětí. Zatímco pro vybrané typy homogenních těles s trhlinou lze hodnoty součinitele intenzity napětí nalézt v literatuře, např. [111, 112] u nehomogenních vzorků je nutné provést numerickou analýzu konkrétního tělesa [110].

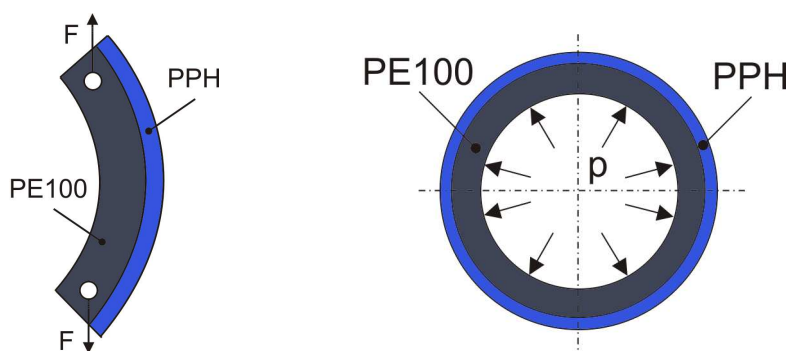
Numerické řešení bylo provedeno za předpokladu platnosti lineárně elastické lomové mechaniky (LELM). Modely obou vzorků (včetně okrajových podmínek a silového zatížení) použité pro numerické řešení odpovídaly navrženým zkušebním tělesům (obr. 73, 78, 79):

- Nehomogennímu C tělesu zatěžovanému tahem
- Nehomogennímu modifikovanému SENB tělesu zatěžovanému 3 bodovým ohybem

Předpokládána byla dokonalá adheze mezi jednotlivými vrstvami. Materiály jednotlivých vrstev byly modelovány jako homogenní, izotropní a lineárně elastické [110]. Experimentálně stanovené mechanické charakteristiky jednotlivých vrstev jsou uvedené v tab. 20 a 21 ze kterých je zřejmá jejich silná závislost na teplotě. Hodnoty Poissonových čísel byly uvažovány ve všech případech stejné $\nu = 0,35$.



Obr. 78: Schéma zatížení heterogenního C tělesa (vlevo) a třívrstvé trubky (vpravo)



Obr. 79: Schéma zatížení heterogenního C tělesa (vlevo) a dvouvrstvé trubky (vpravo)

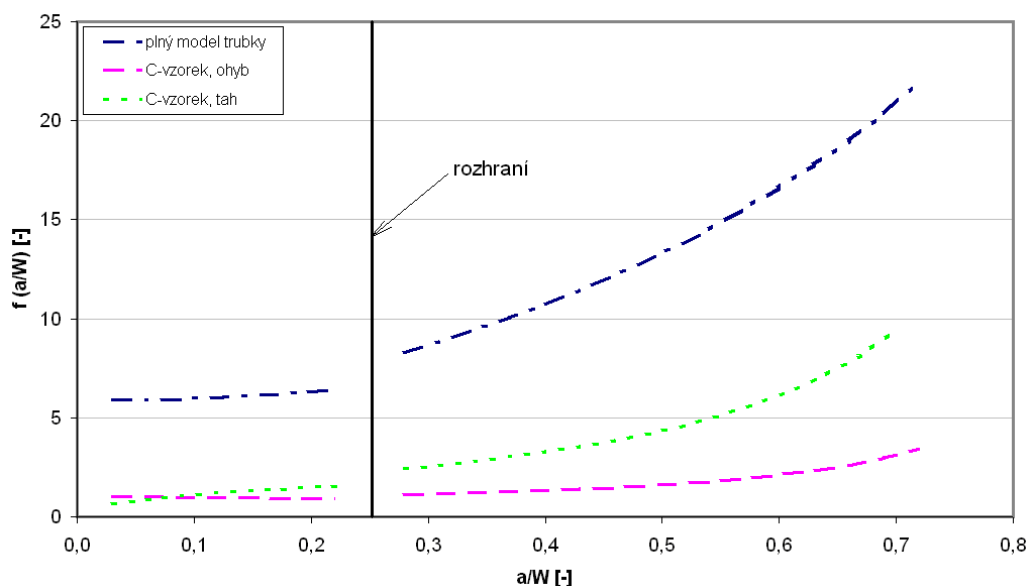
U obou typů navržených nehomogenních těles byl určován jak součinitel intenzity napětí K_I , tak hodnota T -napětí resp. parametru biaxiality B . Druhá zmíněná veličina je charakteristická pro tzv. dvouparametrový popis trhliny, který zohledňuje vliv míry stísnění deformace na čele trhliny (tzv. „constraint“) na její chování [105, 110]. Ukazuje se, že v některých případech při stanovení lomové houževnatosti může hrát zásadní roli při přenosu laboratorních dat na reálnou konstrukci.

Podrobné informace týkající se uvedeného numerického modelu včetně stanovení korekčních funkcí $f(a/W)$ a parametru biaxiality B jsou precizně zpracovány v práci [105].

Stanovení korekčních (tvarových) funkcí $f(a/W)$

Na základě numerické simulace byly sestaveny tzv. K -kalibrační křivky (závislost součinitele intenzity napětí K_I , respektive korekční funkce $f(a/W)$ na délce vnitřní trhliny) jak pro vícevrstvé trubky, tak i pro jednotlivá zkušební tělesa a uvažované teploty (23 °C, -20 °C, -60 °C).

Grafy K -kalibračních křivek byly získány pro vícevrstvou trubku zatíženou vnitřním přetlakem, modifikované SENB těleso namáhané ohybem a C těleso namáhané tahem (obr. 73, 78, 79). Pro srovnání byla také stanovena K -kalibrační křivka pro homogenní případ, kdy je celá trubka vyrobena ze základního materiálu PE100. Jako příklad je uvedena K -kalibrační křivka sestavená pro nehomogenní případ třívrstvé trubky při teplotě -20 °C. Křivka byla převzata z práce [105] ve které jsou dále uvedeny K -kalibrační křivky pro všechny ostatní případy. Charakter grafů těchto K -kalibračních křivek je kvalitativně stejný s uvedeným příkladem (obr. 80).



Obr. 80: Průběhy korekční funkce u nehomogenní třívrstvé trubky pro vnitřní trhlínu při teplotě -20 °C a pro tři typy úloh – plný model trubky zatížený vnitřním přetlakem, modifikované SENB těleso namáhané tříbodovým ohybem a C-těleso namáhané tahem [105]

K -kalibrační křivky byly proloženy polynomickými funkcemi (tab. 22, 23) v nichž jedinou nezávisle proměnnou veličinou je parametr a/W a které byly využity pro výpočet součinitele intenzity napětí K_I , respektive lomové houževnatosti K_{IC} (40). V tabulkách jsou uvedeny pouze polynomy, které byly použity při výpočtu hodnot

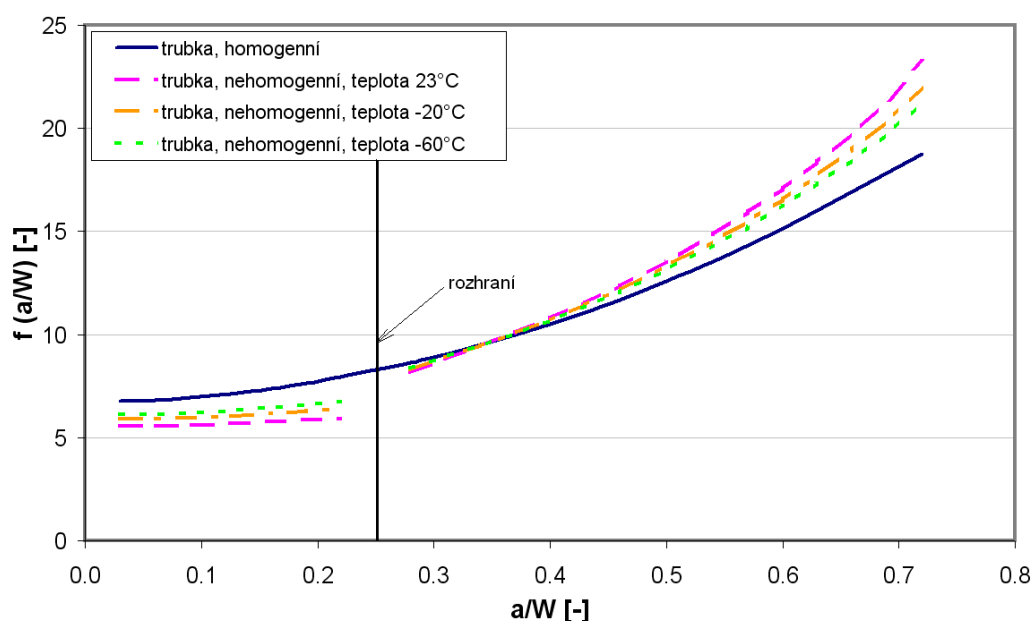
lomové houževnatosti. Uvedené polynomy byly převzaty z práce [105] a pro dvouvrstvou trubku byly též publikovány v [110].

Tab. 22: Polynomické funkce získané proložením numericky získaných hodnot funkce $f(a/W)$ pro navržené modifikované SENB těleso, které bylo připraveno z dvouvrstvé trubky [105, 110]

SENB	homogenní materiál	$143,35(a/W)^4 - 180,82(a/W)^3 + 80,629(a/W)^2 - 10,085(a/W) + 1,1034$
	nehomogenní teplota 23 °C	$90,453(a/W)^4 - 106,13(a/W)^3 + 45,035(a/W)^2 - 4,1253(a/W) + 0,7656$
	nehomogenní vzorek, teplota -60 °C	$102,6(a/W)^4 - 123,3(a/W)^3 + 53,204(a/W)^2 - 5,4917(a/W) + 0,8431$

Tab. 23: Polynomy získané proložením numericky získaných hodnot funkce $f(a/W)$ pro navržené modifikované SENB těleso, které bylo připraveno z třívrstvé trubky [105]

SENB	homogenní materiál	$13,54(a/W)^3 - 7,9986(a/W)^2 + 1,6185(a/W) + 0,9715$
	nehomogenní teplota 23 °C	$54,899(a/W)^3 - 65,746(a/W)^2 + 27,826(a/W) - 2,7108$
	nehomogenní teplota -60 °C	$43,091(a/W)^3 - 49,917(a/W)^2 + 20,759(a/W) - 1,7293$



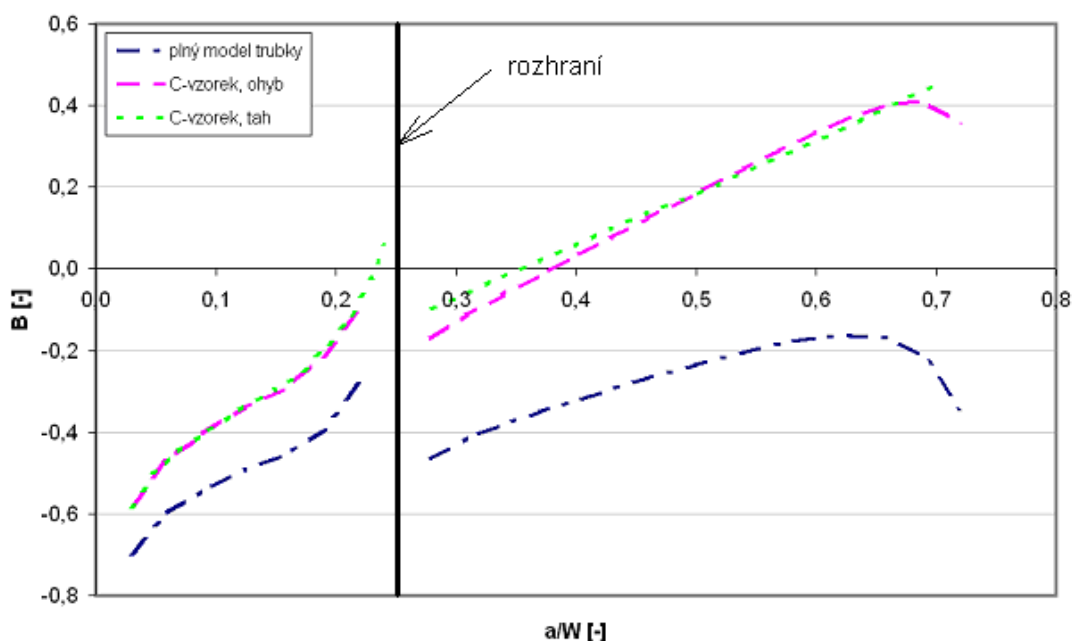
Obr. 81: Průběhy korekční funkce u třívrstvé trubky zatížené vnitřním přetlakem pro vnitřní trhlinu v základním materiálu pro různé teploty a pro homogenní případ [105]

V práci [105] bylo také ukázáno, že se K -kalibrační křivky pro homogenní případ a nehomogenní případy při všech sledovaných teplotách výrazně neliší. Uvedené je způsobeno malým rozdílem v materiálových vlastnostech jednotlivých vrstev. Jako příklad je zde uveden graf K -kalibračních křivek pro třívrstvou trubku (obr. 81). Byl převzat ze [105] kde jsou dále uvedeny grafy pro dvouvrstvou trubku a oba typy zkušebních těles. Na základě tohoto zjištění bylo konstatováno, že pro odhad lomové houževnatosti vícevrstvého systému lze použít korekční funkci odvozenou pro homogenní materiál aniž bychom se dopustili výrazné chyby [105]. V případě dvouvrstvé trubky a použití homogenního řešení jsme na bezpečné straně životnosti.

Jedná se o konzervativní odhad (kalibrační funkce $f(a/W)$ je vyšší než v případě nehomogenních řešení). V případě třívrstvé trubky se jedná o konzervativní odhad pouze ve vnitřní ochranné vrstvě. Pro šíření trhliny v hlavní trubce se jedná o odhad nekonzervativní.

Stanovení parametru biaxiality B

Druhým neméně významným lomovým parametrem, který byl studován u problematiky vícevrstvě trubek je T -napětí, respektive parametr biaxiality B . Grafické průběhy bezrozměrného parametru biaxiality B jsou uvedeny na obr. 82, který byl převzat ze [105]. V téže práci naleznete grafické průběhy bezrozměrného parametru biaxiality B pro všechny studované konfigurace.



Obr. 82: Průběhy parametru biaxiality B pro nehomogenní třívrstvou trubku a vnitřní trhlínu při teplotě $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ a pro tři typy úloh – plný model trubky zatížený vnitřním přetlakem, modifikované SENB těleso namáhané tříbodovým ohybem a C-těleso namáhané tahem [105]

Důvodem pro stanovení závislosti parametru biaxiality B na délce trhliny byla snaha rozhodnout, zda mohou být přeneseny výsledky stanovené na malých experimentálních vzorcích také na reálnou trubku. Uvedené parametry T -napětí i parametr biaxiality B charakterizují míru stísnění deformace před vrcholem trhliny (tzv. míru „constraintu“). V případě, že je míra stísnění deformace před vrcholem trhliny vyšší u zkušebních vzorků než u experimentální trubky, jsou hodnoty lomové houževnatosti určené na zkušebních tělesech konzervativními hodnotami. Tak tomu je i v tomto případě (obr. 82) [105, 108, 110].

Dílčí diskuse výsledků numerického modelování

Numerický model byl sestaven pro dva typy zkušebních těles připravených přímo z experimentálních vícevrstvě trubek. Zkušební tělesa (nehomogenní modifikované SENB těleso a nehomogenní tahové C těleso) byla v rámci disertační práce navržena

tak, aby simulovala šíření trhliny ke kterému dochází při mezním stavu SCG, tedy od vnitřní stěny trubky v radiálním směru.

Pro oba typy zkušebních těles byly na základě numerické simulace sestaveny K -kalibrační křivky a to pro všechny tři zvolené teploty. Tyto byly také sestaveny jak pro dvouvrstvou, tak i třívrstvou experimentální trubku. Dále byly sestaveny K -kalibrační křivky pro homogenní (jednovrstvý) případ studovaných zkušebních těles a experimentálních trubek.

Pro studované konfigurace byly sestaveny polynomičké funkce, které jsou vhodné pro experimentální stanovení lomové houževnatosti s využitím navržených zkušebních těles.

Byly zjištěny zanedbatelné rozdíly mezi průběhy K -kalibrační křivky sestavené pro různé teploty nehomogenní trubky a trubkou homogenní. Stejně je to i v případě obou typů navržených zkušebních vzorků. Z uvedeného tedy vyplývá, že pro odhad lomové houževnatosti vícevrstvého systému můžeme při experimentálním měření použít korekční funkci stanovenou pro homogenní materiál aniž bychom se dopustili velké chyby. V našem případě je to způsobeno malým rozdílem elastických vlastností jednotlivých vrstev [105].

Přístupem dvouparametrové lomové mechaniky bylo hodnoceno, zda mohou být výsledky stanovené na malých zkušebních tělesech přeneseny na reálnou trubku. Byly sestaveny analogické kalibrační křivky T -napětí, respektive parametru biaxility B . Z uvedených závislostí je zřejmé, že hodnoty lomové houževnatosti K_{IC} stanovené na malých zkušebních tělesech jsou konzervativní, protože hodnota parametru biaxility B (a tím i míra stísnění plastické deformace před vrcholem trhliny – míra „constraint“) je u těchto těles vyšší než u reálné trubky.

V případě třívrstvé trubky je na uvedených závislostech K -kalibračních funkcí a parametru biaxiality B na poměru a/W vidět výrazná diskontinuita. Tato odpovídá rozhraní mezi vnitřní ochrannou integrovanou vrstvou z materiálu XSC50 a střední nosnou vrstvou trubky. Problematikou rozhraní mezi jednotlivými vrstvami vícevrstvých trubek se velmi podrobně zabývají práce [105, 113, 114] využívající experimentální výsledky stanovené při zkouškách malých zkušebních těles navržených v rámci této disertační práce. Byl zde studován vliv ochranné vrstvy na lomové mechanické vlastnosti vícevrstvého systému. Bylo zjištěno, že poddajnost ochranné vrstvy zvyšuje odolnost celého systému proti šíření trhliny přes rozhraní do nosné trubky. Pokud má tedy ochranná vrstva nižší modul pružnosti E než nosná trubka, pak bude mít trhlina tendenci zastavit se na rozhraní. V případě, že má ochranná vrstva vyšší modul pružnosti E než nosná trubka, bude plnit pouze funkci ochrannou a chránit nosnou trubku před poškrábáním a vznikem vrypů. Obecně řečeno, čím poddajnější je vrstva ze které se trhlina šíří, tím větší je odolnost trubky proti nestabilnímu šíření přes rozhraní do základního materiálu.

9.3.4 Hodnocení lomového chování na základě dynamické lomové houževnatosti K_{ICd}

Jedním z relevantních parametrů umožňujících hodnocení odolnosti proti meznímu stavu SCG jak trubkových materiálů, tak i samotných trubek je parametr lineárně elastické lomové mechaniky – dynamická lomová houževnatost K_{ICd} . Přestože tento

přístup nezohledňuje kinetiku uvedeného děje jako například PENT test, můžeme na základě jeho výsledků jednotlivé materiály nebo trubky mezi sebou z hlediska mezního stavu SCG vzájemně porovnat. Zkouška byla provedena na pracovišti Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně na Charpyho instrumentovaném kladivu PSW 300E MFL a kladivu FRAKTOSKOP 4 J, která byla opatřena tenzometrickým snímačem síly a indukčním snímačem polohy beranu [115].

Zkouška byla provedena v souladu se standardem ISO 13586 [116] a zkušebním postupem vypracovaným na univerzitě Martina Luthera v Merseburgu [101]. Podmínky zkoušky byly následující: zkušební teplota 23 °C a -60 °C, zkušební rychlost 1 m/s a vzdálenost opor $S = 40$ mm. Zkušební tělesa tloušťky $B_1 = 10$ mm byla zkoušena na Charpyho instrumentovaném kladivu PSW 300E MFL s maximální kapacitou 150 J. Zkušební tělesa tloušťky $B_2 = 4$ mm byla zkoušena na Charpyho instrumentovaném kladivu FRAKTOSKOP 4 J s maximální kapacitou 4 J. Výsledkem zkoušek byly záznamy síla – přemístění síly, ze kterých byly do výpočtu provizorních hodnot dynamické lomové houževnatosti K_{IQd} podle vztahu (40) dosazeny hodnoty maximálních sil F_{max} .

$$K = \frac{FS}{BW^{3/2}} \cdot f(a/W) \quad (40)$$

Ve vztahu (40) představuje F velikost zatěžující síly, B tloušťku vzorku, W šířku vzorku, S vzdálenost podpor a $f(a/w)$ je korekční funkce [112].

Geometrický faktor (korekční funkce) $f(a/W)$ není pro tvar použitých modifikovaných a navíc nehomogenních zkušebních SENB těles obecně dostupný. V rámci disertační práce byly pro výpočet geometrického faktoru $f(a/W)$ uvedených zkušebních těles použity polynomy stanovené na základě numerického modelu (kap. 9.3.3 – Stanovení korekčních funkcí $f(a/W)$). Pro výpočet $f(a/W)$ byly použity vztahy pro nehomogenní modifikované SENB těleso a homogenní modifikované SENB těleso (tab. 22, 23). Pro srovnání byl dále použit výpočet $f(a/W)$ podle [101] pro standardní homogenní SENB zkušební těleso:

$$f(a/W) = 2,9(a/W)^{1/2} - 4,6(a/W)^{3/2} + 21,8(a/W)^{5/2} - 37,6(a/W)^{7/2} + 38,7(a/W)^{9/2} \quad (41)$$

Provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_{IQd} mohou být prohlášeny za platné hodnoty dynamické lomové houževnatosti K_{ICd} pouze, pokud jsou splněny podmínky platnosti LELM, které jsou v případě plastů definovány vztahem

$$a, B, (W - a) \geq \beta \left(\frac{K_{IQd}}{\sigma_d} \right)^2 \quad (42)$$

kde a je hloubka vrubu, B a W tloušťka a šířka zkušebního tělesa, β číselná hodnota stanovená podle [101], K_{IQd} je provizorní hodnota lomové houževnatosti a σ_d je mez kluzu materiálu stanovená při zkoušce rázem v ohybu na modifikovaných SENB zkušebních tělesech bez vrubu.

$$\sigma_d = \frac{3 \cdot F_{GY} \cdot S}{2 \cdot B \cdot W^2} \quad (43)$$

Ve vztahu (43) představuje F_{GY} sílu odpovídající okamžiku odklonu od lineární části záznamu síla - průhyb a S je vzdálenost opor.

Provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_{IQd} jsou uvedeny v tab. 24 až 26. Ani v jednom případě se nepodařilo získat platné hodnoty dynamické lomové houževnatosti K_{ICd} – nebyly splněny podmínky dle vztahu (42). Uvedené hodnoty jsou tedy platné pouze pro použitou geometrii zkušebních těles.

Tab. 24: Provizorní hodnoty K_{IQd} stanovené při použití vztahu pro výpočet $f(a/W)$ nehomogenního modifikovaného SENB zkušebního tělesa

Trubka	Tloušťka	$B_2 = 4 \text{ mm}$			$B_1 = 10 \text{ mm}$
	$a \text{ [mm]}$	3,8	4,6	5,6	4,6 / 5,7
Třívrstvá	23 °C	$1,8 \pm 0,2$	$1,2 \pm 0,2$	$0,8 \pm 0,1$	$1,4 \pm 0,1$
	-60 °C	$1,4 \pm 0,1$	$1,1 \pm 0,2$	$0,7 \pm 0,4$	-
Dvouvrstvá	23 °C	-	-	-	$2,2 \pm 0,1$
	-60 °C	-	-	-	-

Tab. 25: Provizorní hodnoty K_{IQd} stanovené při použití vztahu pro výpočet $f(a/W)$ homogenního modifikovaného SENB zkušebního tělesa

Trubka	Tloušťka	$B_2 = 4 \text{ mm}$			$B_1 = 10 \text{ mm}$
	$a \text{ [mm]}$	3,8	4,6	5,6	4,6 / 5,7
Třívrstvá	23 °C	$1,5 \pm 0,2$	$1,0 \pm 0,1$	$0,7 \pm 0,1$	$1,3 \pm 0,1$
	-60 °C	$1,2 \pm 0,1$	$1,0 \pm 0,2$	$0,7 \pm 0,4$	-
Dvouvrstvá	23 °C	-	-	-	$2,4 \pm 0,1$
	-60 °C	-	-	-	-

Tab. 26: Provizorní hodnoty K_{IQd} stanovené při použití vztahu pro výpočet $f(a/W)$ podle [101] pro standardní homogenní SENB zkušební těleso

Trubka	Tloušťka	$B_2 = 4 \text{ mm}$			$B_1 = 10 \text{ mm}$
	$a \text{ [mm]}$	3,8	4,6	5,6	4,6 / 5,7
Třívrstvá	23 °C	$2,3 \pm 0,3$	$1,8 \pm 0,3$	$1,4 \pm 0,1$	$2,2 \pm 0,1$
	-60 °C	$2,0 \pm 0,2$	$1,7 \pm 0,3$	$1,3 \pm 0,7$	-
Dvouvrstvá	23 °C	-	-	-	$2,5 \pm 0,1$
	-60 °C	-	-	-	-

Diskuse dílčích výsledků hodnocení odolnosti trubek na základě parametrů LELM

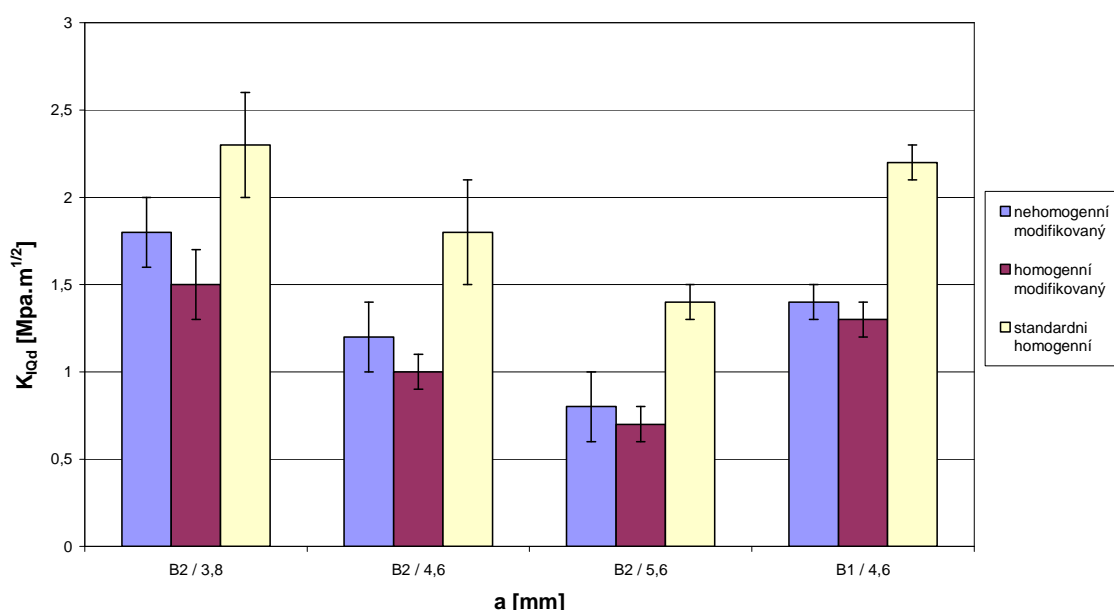
Pro hodnocení odolnosti experimentálních trubek vůči meznímu stavu SCG na základě parametrů LELM, byl v rámci této disertační práce navržen nehomogenní modifikovaný typ ohybového SENB tělesa (obr. 73). Zkušební těleso tohoto typu simuluje šíření trhliny v radiálním směru od vnitřní stěny trubky. Tedy způsobem, jakým se trhlina šíří i v praxi.

Na základě numerického modelu bylo prokázáno, že navržený typ zkušebního tělesa umožňuje získat konzervativní hodnoty lomové houževnatosti K_{IC} , které jsou plně přenositelné na reálnou konstrukci, tj. v našem případě vícevrstvou trubku. Pro výpočet provizorních hodnot lomové houževnatosti K_{IQd} byly na základě numerického

modelování stanoveny polynomy popisující K -kalibrační funkci $f(a/W)$ pro nehomogenní modifikované SENB těleso a homogenní modifikované SENB těleso.

Výše uvedené výsledky byly stanoveny pro 3 rozdílné případy. V tab. 24 jsou uvedeny provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_{IQd} stanovené pomocí polynomu pro nehomogenní modifikované SENB zkušební těleso (tab. 22 a 23). V tab. 25 jsou uvedeny provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_{IQd} stanovené pomocí polynomu pro homogenní modifikované SENB těleso (tab. 22 a 23). V tab. 26 jsou uvedeny provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_{IQd} stanovené pomocí polynomu uvedeného v literatuře [101] používaného pro standardní homogenní SENB těleso.

V následujících grafech (obr. 83 až 85) je přehledně zobrazen vliv použitých kalibračních funkcí $f(a/W)$ na experimentálně stanovené provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_{IQd} .

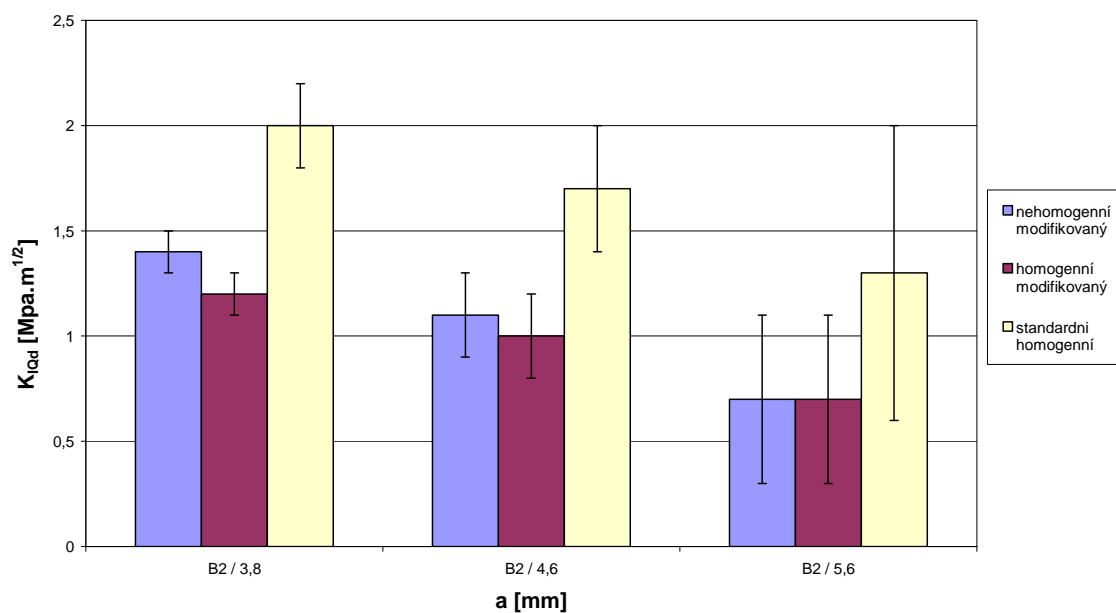


Obr. 83: Hodnoty K_{IQd} stanovené za teploty 23 °C na modifikovaných SENB tělesech z třívrstvé trubky pomocí tří různých polynomů pro výpočet $f(a/W)$. Tloušťky vzorků byly $B_1 = 10$ mm, $B_2 = 4$ mm, hloubka vrubu $a = 3,8$ mm, 4,6 mm, 5,6 mm

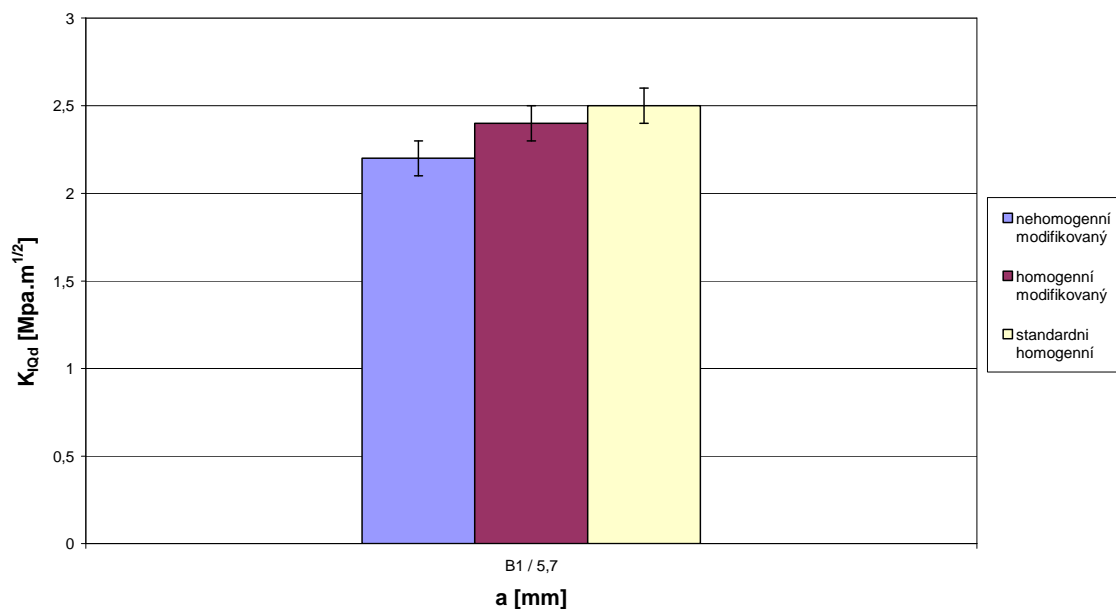
Hodnoty provizorní lomové houževnatosti K_{IQd} vypočítané s použitím kalibrační funkce $f(a/W)$ pro nehomogenní modifikované SENB těleso jsou v rámci chyby měření shodné s výsledky provizorní lomové houževnatosti K_{IQd} vypočítané s použitím kalibrační funkce $f(a/W)$ pro homogenní modifikované SENB těleso. Uvedené odpovídá výsledkům numerického modelu. Malý rozdíl v elastických vlastnostech jednotlivých vrstev experimentálních vícevrstevných trubek umožňuje použít pro výpočet provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_{IQd} kalibrační funkci $f(a/W)$ stanovenou pro homogenní modifikované SENB těleso, aniž bychom se dopustili významné chyby.

Dále bylo potvrzeno, že numerické stanovení polynomů pro kalibrační funkci $f(a/W)$ nehomogenního a homogenního modifikovaného SENB tělesa je nutné. Použití kalibrační funkce $f(a/W)$ pro standardní homogenní SENB těleso, tak jak je uvedeno v literatuře [101], vede k statisticky významně odlišným (nekonzervativním) výsledkům. Uvedený rozdíl je způsoben odlišným tvarem modifikovaného SENB zkušebního tělesa od tělesa standardního tvaru.

Z výše uvedeného tedy vyplývá i doporučení a možnost, používat pro výpočet K -kalibrační křivky homogenní modifikovaná SENB zkušební tělesa.



Obr. 84: Hodnoty K_{IQd} stanovené za teploty -60 °C na modifikovaných SENB tělesech z třívrstvé trubky pomocí tří různých polynomů pro výpočet $f(a/W)$. Tloušťka vzorků byla $B_2 = 4$ mm, hloubka vrubu $a = 3,8$ mm, $4,6$ mm, $5,6$ mm

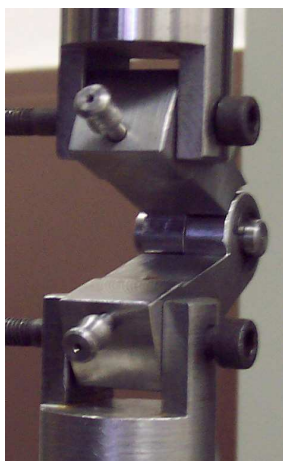


Obr. 85: Hodnoty K_{IQd} stanovené za teploty 23 °C na modifikovaných SENB tělesech z dvouvrstvé trubky pomocí tří různých polynomů pro výpočet $f(a/W)$. Tloušťka vzorků byla $B_1 = 10$ mm, hloubka vrubu $a = 5,7$ mm.

9.3.5 Hodnocení lomového chování na základě stanovení J-R křivky

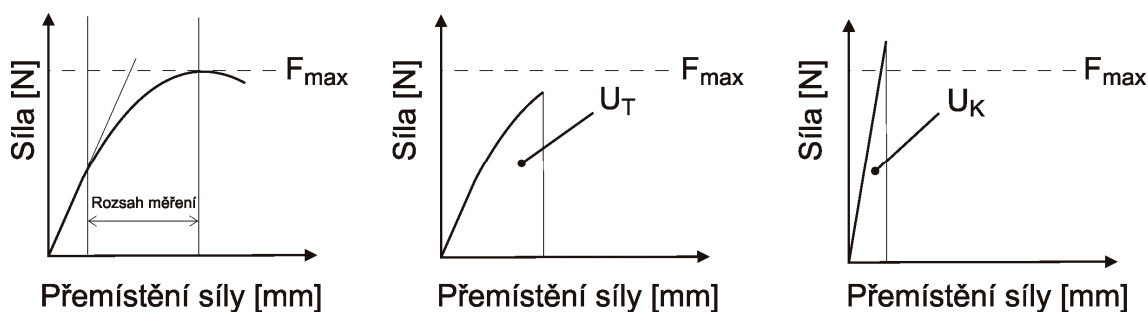
Experimenty vedoucí ke stanovení J-R křivky byly provedeny na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020, který je instalován na pracovišti Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně. Zkouška byla provedena na malých zkušebních tělesech, odebraných přímo z experimentálních trubek, v souladu se standardem [77] a zkušebním předpisem [101].

Pro stanovení J-R křivek byly zvoleny následující zkušební podmínky: konstantní rychlost zatěžování $v = 1 \text{ mm/min}$, teplota zkoušky $T = 23 \text{ °C}$, -20 °C a -60 °C . Zkušební zatížení bylo detekováno pomocí 2,5 kN snímače síly a přemístění síly bylo stanoveno z polohy přičníku. CT tělesa byla při zkoušce zatěžována přes speciální přípravek, navržený v rámci této práce (obr. 86), který simuloval rozevírání trubky při šíření trhliny v axiálním směru. C tělesa byla zatěžována přes zátěžné kolíky standardním způsobem (obr. 86). SENB tělesa byla zatěžována v souladu se standardem [77] tříbodovým ohybem se vzdáleností opor $S = 40 \text{ mm}$.



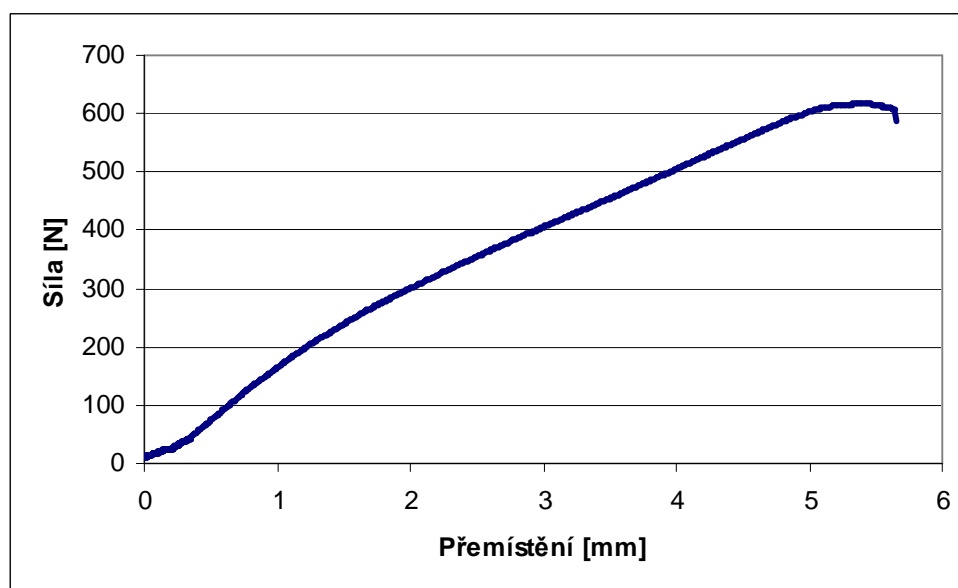
Obr. 86: Speciální přípravek pro zatěžování CT těles (vlevo), způsob zatěžování C těles (vpravo)

Jednotlivé zkušební vzorky byly zatěžovány na různé, předem zvolené hodnoty přemístění síly. Hodnoty přemístění síly byly voleny tak, aby rovnoměrně pokryly interval od prvního odklonu od lineární části záznamu síla – přemístění síly (obr. 87) až po maximální hodnotu zatížení v záznamu, která byla stanovena vždy na prvním zkušebním tělese. Zkouška byla provedena minimálně na 20 zkušebních tělesech. Ze získaných závislostí síla – přemístění síly byly určeny hodnoty celkové energie U_T , které byly korigovány na vtisk zátěžných válečků do materiálu. Korekce byla provedena na zkušebních tělesech bez vrubů, která byla zatěžována až na hodnotu síly o 10 % vyšší než hodnota maximálního zatížení F_{max} při zkoušce. Při korekci SENB těles byla použita vzdálenost mezi oporami $S = 15 \text{ mm}$. Ze stanovené korekční závislosti (obr. 87) byly určeny hodnoty korekční energie U_K . Korigovaná hodnota celkové energie U byla stanovena podle vztahu (44).

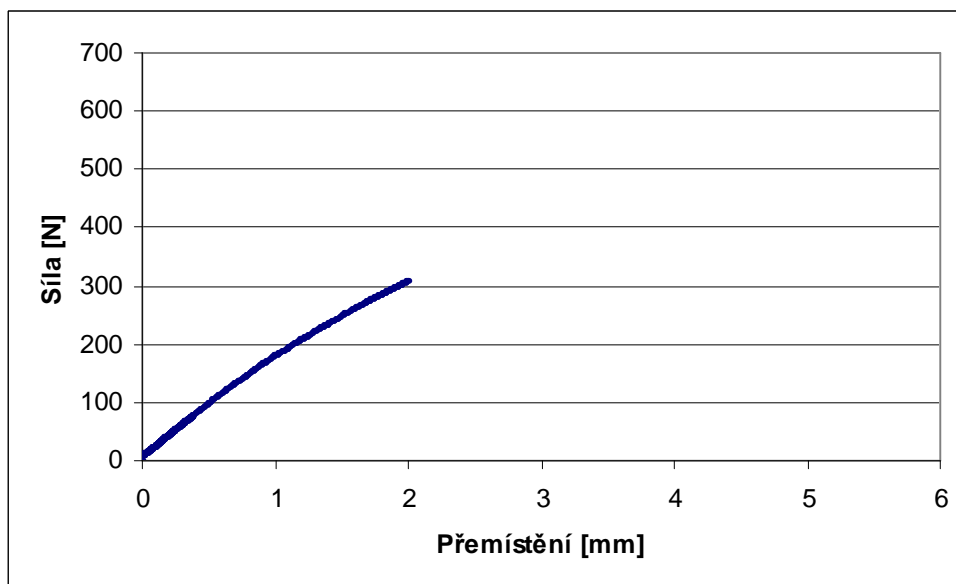


Obr. 87: Oblast měření (vlevo), stanovení celkové energie U_T (uprostřed), stanovení korekční energie U_K (vpravo)

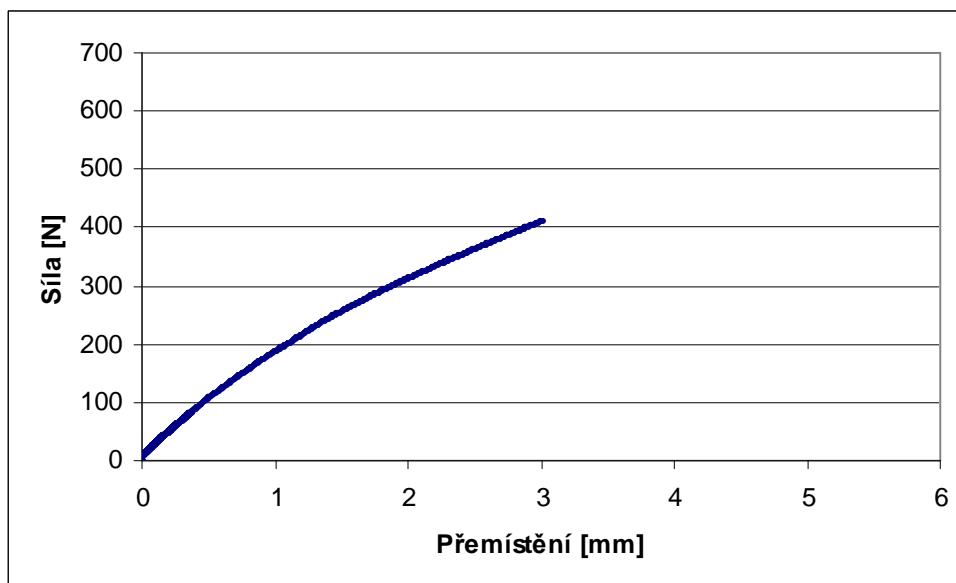
Hodnoty J integrálu byly vypočítány podle vztahu (45) kde U je korigovaná celková energie, B a W rozměry zkušebních těles, a původní délka trhliny (hloubka vrubu), Δa přírůstek trhliny a $\eta = f(a/W)$ geometrický faktor určený pro CT těleso podle vztahu (46). V případě SENB těles je geometrický faktor $\eta = 2$ [77]. Geometrický faktor homogenních C těles byl určen podle vztahu (47) převzatého z literatury [78]. Toto zjednodušení (použití homogenního C tělesa) nemá na výsledné hodnoty významný vliv, neboť oblast čela trhliny ve které dochází k inicializaci porušení vždy leží v oblasti s jedním typem materiálu. Zkušební tělesa byla následně chlazená v kapalném dusíku po dobu 1,5 hod a dolomena na instrumentovaném rázovém kladivu PSW 300E/MFL při nárazové rychlosti 1,5 m/s. Tím byla zřetelně oddělena oblast stabilního růstu trhliny od oblasti dolomení. Velikost stabilního přírůstku trhliny Δa byla stanovena z pěti měření na lomové ploše na optickém dílenském mikroskopu, který byl vybaven posuvným stolem s mikrometrickými šrouby. Lomové plochy byly zdokumentovány na stereomikroskopu SZ 2, který byl vybaven CCD kamerou. Pro příklad zde uvádím průběhy zatěžování (obr. 88 až 91) a fotografie lomových ploch (obr. 92, 93) získané při hodnocení C tělesa zkoušeného při teplotě 23 °C, které bylo připraveného z dvouvrstvé experimentální trubky.



Obr. 88: Záznam zatěžování prvního zkušební tělesa - stanovení maximálního zatížení a koncového bodu pro zkoušku



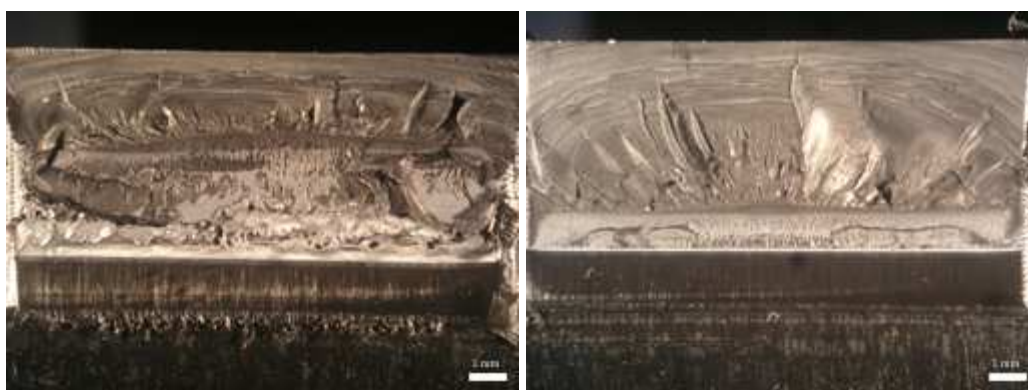
Obr. 89: Záznam ze zkoušky zkušebního tělesa při kterém došlo ke stabilnímu růstu trhliny
 $\Delta a = 0,053 \text{ mm}$



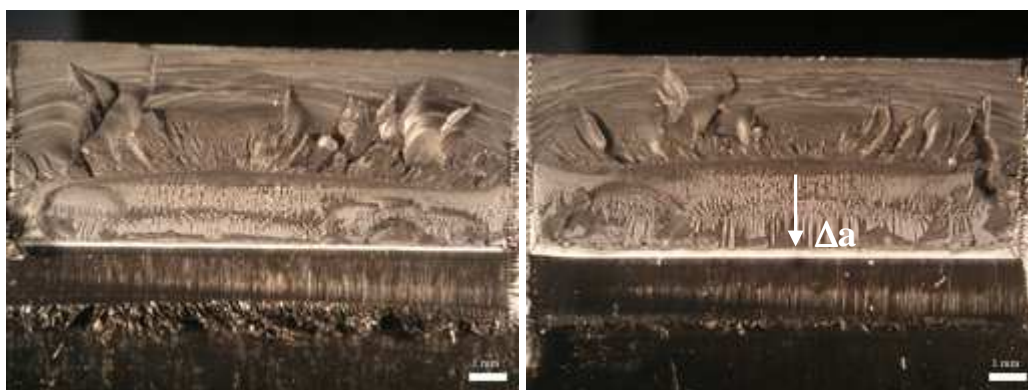
Obr. 90: Záznam ze zkoušky zkušebního tělesa při kterém došlo ke stabilnímu růstu trhliny
 $\Delta a = 0,203 \text{ mm}$



Obr. 91: Záznam ze zkoušky zkušebního tělesa při kterém došlo ke stabilnímu růstu trhliny $\Delta a = 0,379 \text{ mm}$



Obr. 92: Zkušební těleso zatížené na sílu F_{max} (vlevo), zkušební těleso s růstem trhliny $\Delta a = 0,053 \text{ mm}$ (vpravo)



Obr. 93: Zkušební těleso s růstem trhliny $\Delta a = 0,203 \text{ mm}$ (vlevo), zkušební těleso s růstem trhliny $\Delta a = 0,379 \text{ mm}$ (vpravo)

Ze získaných hodnot stabilního přírůstu trhliny Δa a J integrálu byly sestaveny závislosti $J - \Delta a$ (J-R křivky). Kritická hodnota J_0 byla určena jako průsečík osy y závislosti $J - \Delta a$ s přímkou proloženou experimentálními daty. Kritická hodnota $J_{0,2}$ definovaná standardem ASTM D 6068-10 byla určena jako průsečík kolmice na osu x v bodě $\Delta a = 0,2$ mm s funkcí (48) proloženou experimentálními daty. Uvedené kritické hodnoty lze interpretovat jako odolnost daného materiálu proti iniciaci trhliny. Dále byly stanoveny směrnice J - R křivek tzv. T modul (tearing modul), který určuje odolnost trubky proti šíření (propagaci) iniciované trhliny.

$$U = U_T - U_K \quad (44)$$

$$J = \frac{\eta \cdot U}{B \cdot (W - a)} \cdot \left\{ 1 - \frac{(0,75\eta - 1) \cdot \Delta a}{(W - a)} \right\} \quad (45)$$

$$\eta = 2 + 0,522 \cdot ((W - a)/W) \quad (46)$$

$$\eta = 1,526 + 1,805 \cdot ((W - a)/W) \quad (47)$$

$$J = C \cdot \Delta a^N \quad (48)$$

Sestavené J - R křivky pro jednotlivé typy zkušebních těles a zvolené zkušební teploty jsou uvedeny na obr. 94 až 103. Kritické hodnoty J_0 byly stanoveny proložením experimentálních dat přímkou (obr. 94 až 98). Kritické hodnoty $J_{0,2}$ byly stanoveny proložením experimentálních dat regresní funkcí (48) viz. (obr. 99 až 103). Výsledné hodnoty sledovaných parametrů stanovené na základě J - R křivek jsou uvedeny v tab. 27 až 29.

Tab. 27: Výsledné hodnoty J_0 , $J_{0,2}$ a T stanovené ze získaných J-R křivek pro teplotu 23 °C

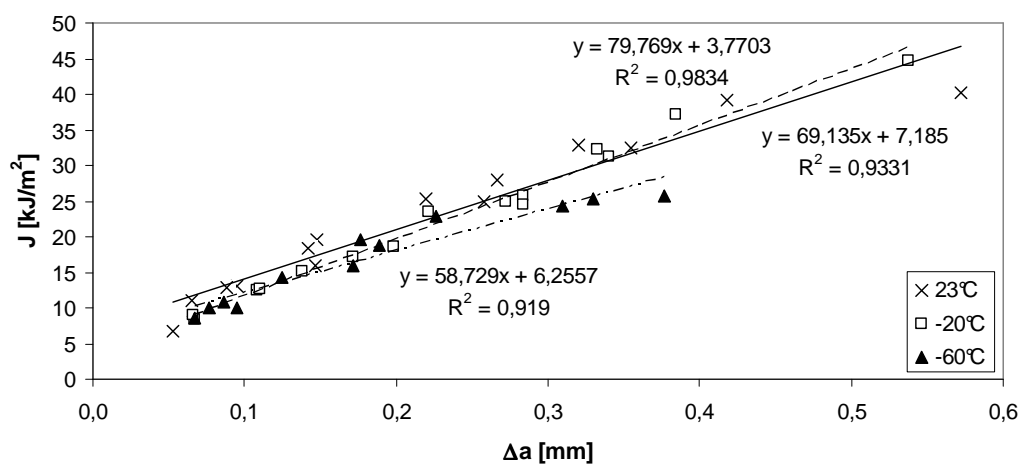
Dvouvrstvá trubka					Třívrstvá trubka
	SENB	C bez PPH	C s PPH	CT	C
J_0 [kJ/m ²]	1,7 ± 1,2	5,8 ± 1,1	5,8 ± 1,4	5,4 ± 1,7	7,2 ± 2,7
$J_{0,2}$ [kJ/m ²]	14,3 ± 1,2	19,2 ± 3,2	19,6 ± 1,2	19,7 ± 1,5	21,9 ± 2,2
T [MJ/m ³]	62	67	66	69	69

Tab. 28: Výsledné hodnoty J_0 , $J_{0,2}$ a T stanovené ze získaných J-R křivek pro teplotu -20 °C

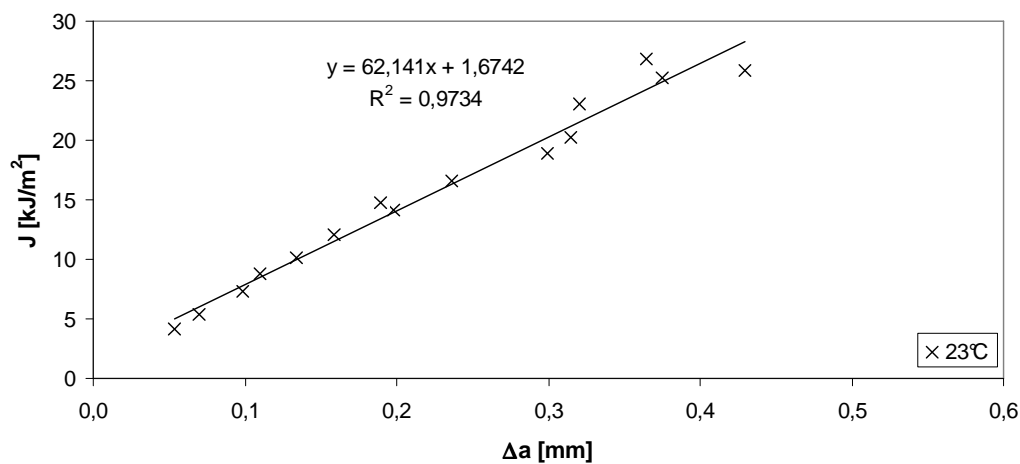
Dvouvrstvá trubka					Třívrstvá trubka
	SENB	C bez PPH	C s PPH	CT	C
J_0 [kJ/m ²]	-	3,3 ± 2,0	3,5 ± 1,1	3,6 ± 2,2	3,8 ± 1,3
$J_{0,2}$ [kJ/m ²]	-	20,1 ± 2,2	20,3 ± 1,1	20,6 ± 2,3	20,2 ± 1,3
T [MJ/m ³]	-	80	83	84	80

Tab. 29: Výsledné hodnoty J_0 , $J_{0,2}$ a T stanovené ze získaných J-R křivek pro teplotu $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$

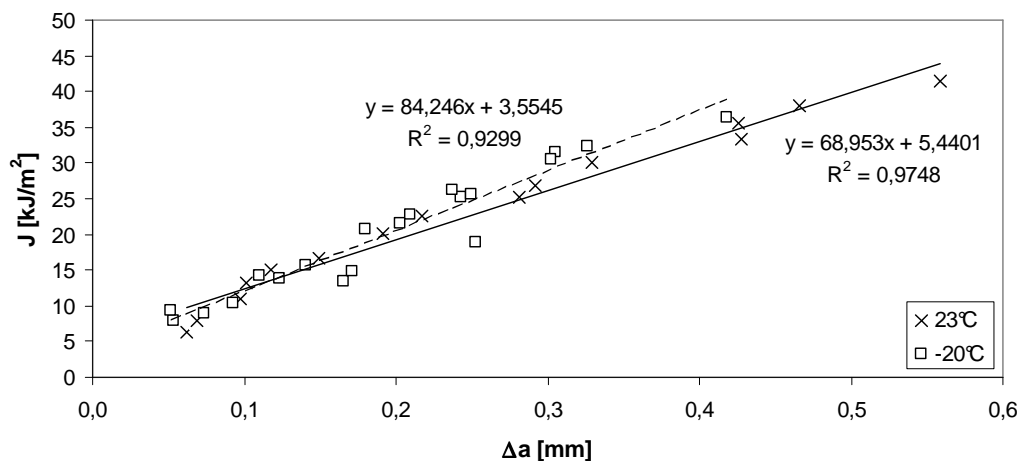
Dvouvrstvá trubka					Třívrstvá trubka
	SENB	C bez PPH	C s PPH	CT	C
J_0 [kJ/m ²]	-	-	-	-	$6,3 \pm 1,8$
$J_{0,2}$ [kJ/m ²]	-	-	-	-	$18,6 \pm 1,5$
T [MJ/m ³]	-	-	-	-	59



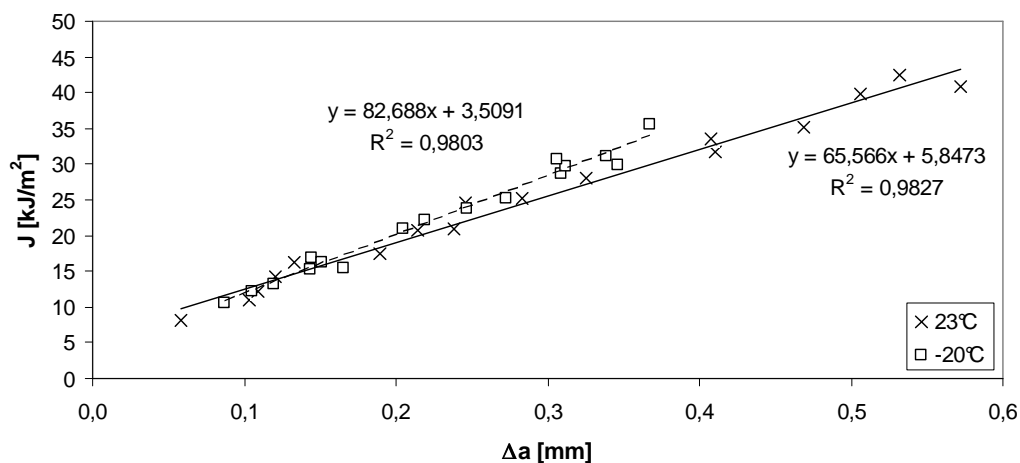
Obr. 94: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek C těles připravených z třívrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách $23\text{ }^{\circ}\text{C}$, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$



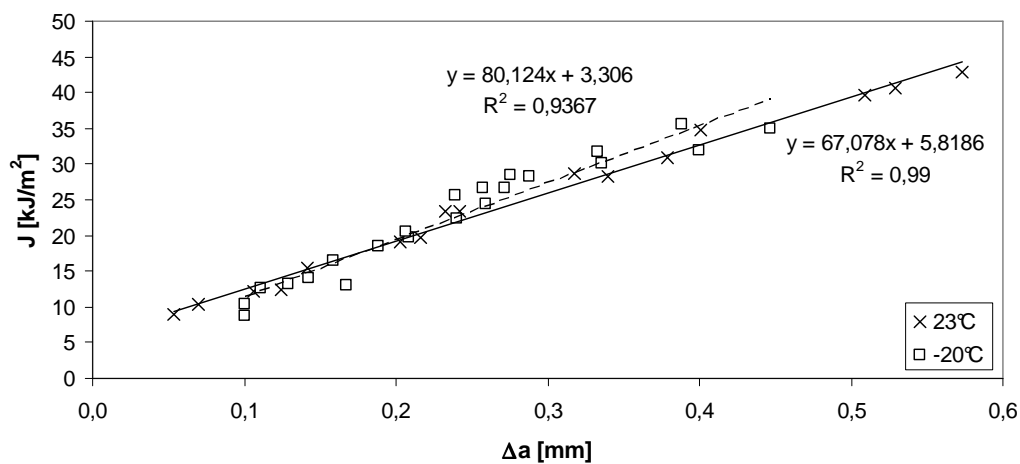
Obr. 95: Závislost $J - \Delta a$ ($J - R$ křivka) stanovená na základě zkoušek SENB těles připravených z dvouvrstvého trubky. Zkouška byla provedena při teplotě $23\text{ }^{\circ}\text{C}$



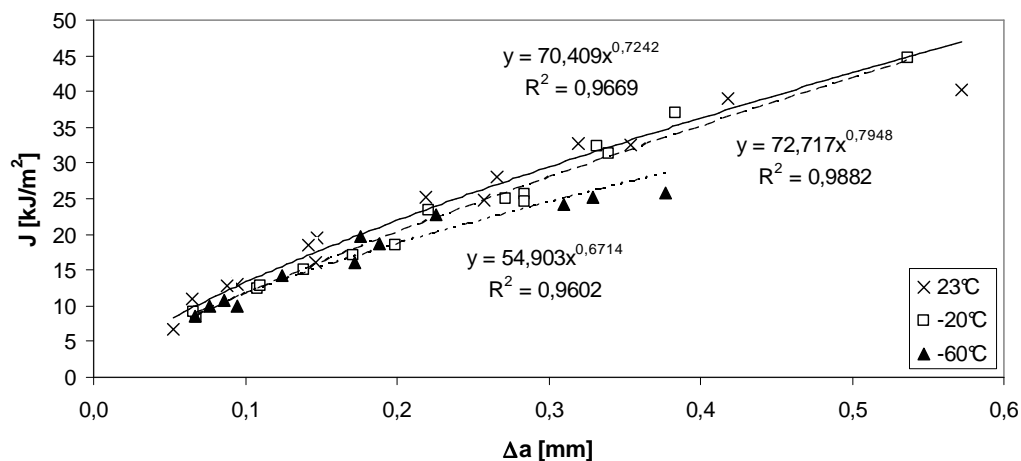
Obr. 96: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek CT těles připravených z dvouvrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách 23 °C a -20 °C



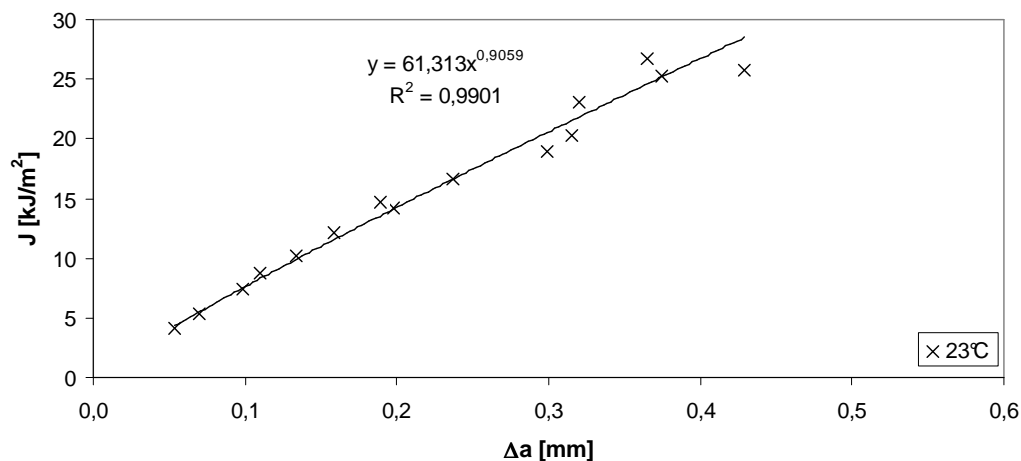
Obr. 97: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek C těles s ochrannou PPH vrstvou připravených z dvouvrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách 23 °C a -20 °C



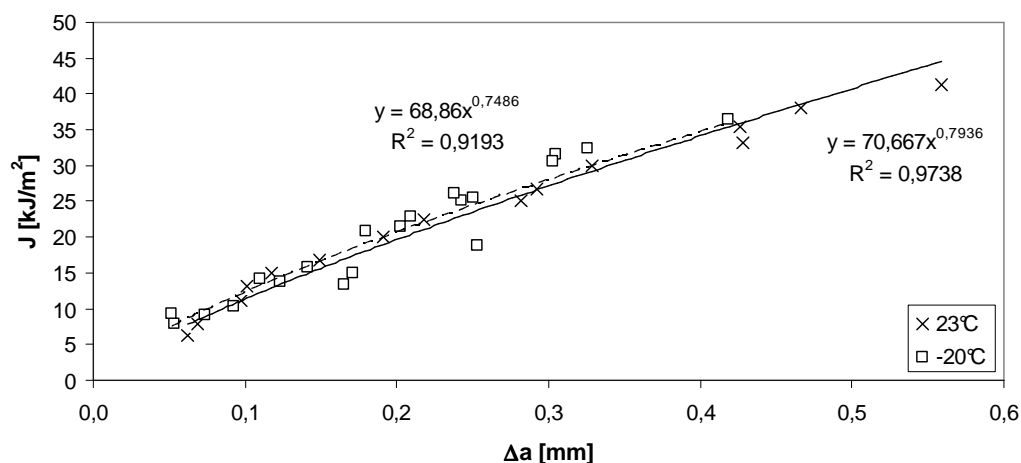
Obr. 98: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek C těles bez ochranné PPH vrstvy připravených z dvouvrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách 23 °C a -20 °C



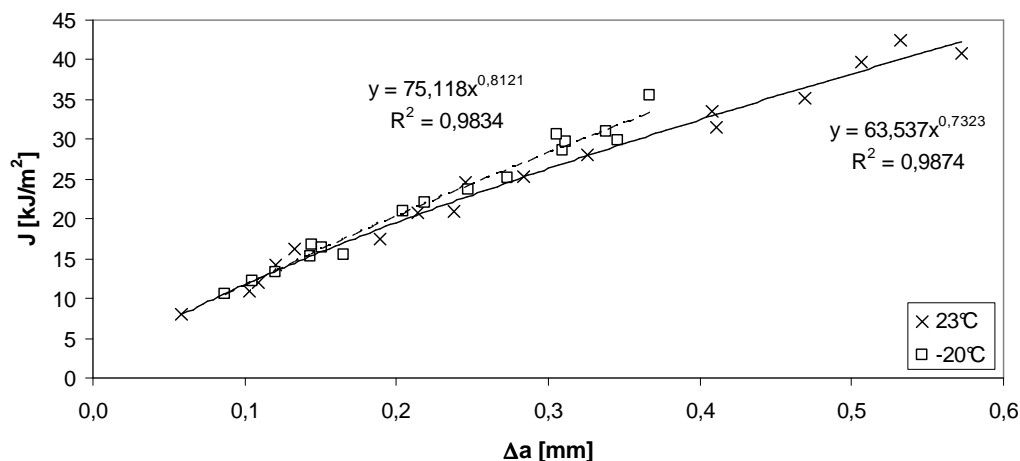
Obr. 99: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek C těles připravených z třívrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách 23°C , -20°C a -60°C



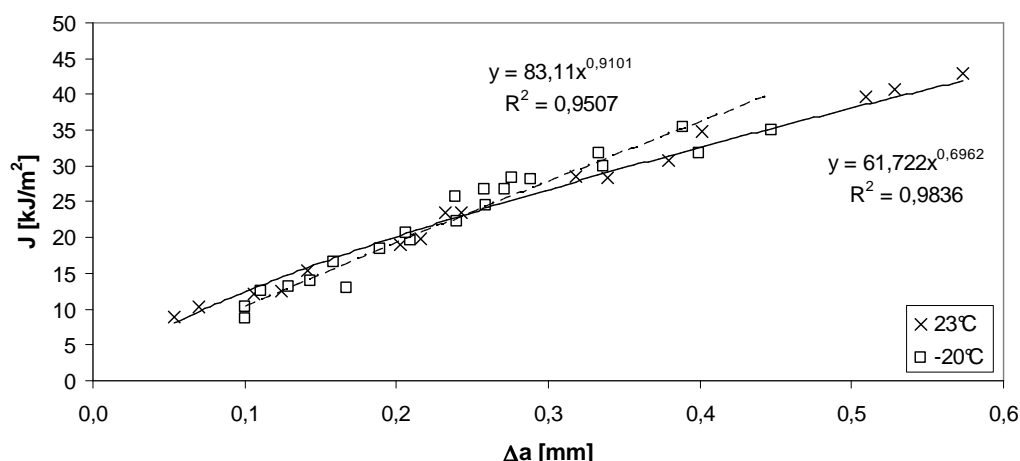
Obr. 100: Závislost $J - \Delta a$ ($J - R$ křivka) stanovená na základě zkoušek SENB těles připravených z dvouvrstvého trubky. Zkouška byla provedena při teplotě 23°C



Obr. 101: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek CT těles připravených z dvouvrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách 23°C a -20°C



Obr. 102: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek C těles s ochrannou PPH vrstvou připravených z dvouvrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách 23 °C a -20 °C.



Obr. 103: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek C těles bez ochranné PPH vrstvy připravených z dvouvrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách 23 °C a -20 °C.

Dílčí diskuse výsledků hodnocení odolnosti trubek na základě parametrů EPLM

Pro hodnocení odolnosti experimentálních trubek vůči meznímu stavu SCG, na základě parametrů EPLM, byla zvolena metodika $J-R$ křivky [77]. Z experimentálních trubek byla připravena zkušební tělesa simulující šíření různě orientovaných trhlin.

První byla hodnocena dvouvrstvá trubka ze které byla připravena CT tělesa bez ochranného PPH pláště, C tělesa s ochranným PPH pláštěm, C tělesa bez ochranného PPH pláště a zkušební tělesa SENB bez ochranného PPH pláště. Bylo tedy simulováno šíření trhliny ve směrech C-L, C-R a L-R podle [109]. Vzhledem k tomu, že směr šíření trhlin u trubkových aplikací při mezním stavu SCG odpovídá směru C-R byly v případě třívrstvé trubky zkoušeny výhradně zkušební tělesa typu C.

Kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 stanovené na zvolených zkušebních tělesech při třech různých teplotách (23 °C, -20 °C a -60 °C) jsou přehledně uvedeny na sloupcových grafech zobrazených na obr. 104, 105.

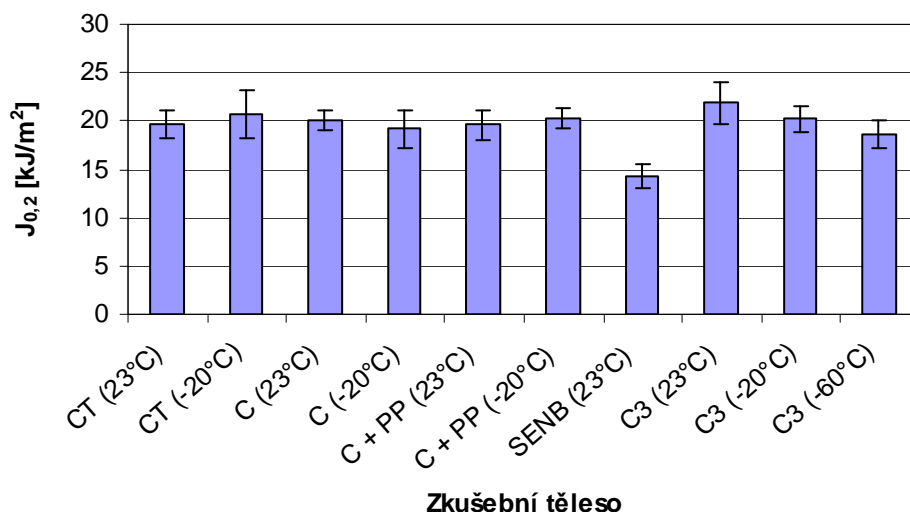
V případě dvouvrstvé trubky nebyl pozorován statisticky významný rozdíl ve výsledcích stanovených na zkušebních tělesech typu CT a C. Zjištěné kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 odpovídají hodnotám publikovaným v literatuře pro tento typ materiálu $J_0 = 3$ až 6 kJ/m^2 a $J_{0,2} = 13$ až 110 kJ/m^2 [78, 79, 90]. Trhlina u těchto dvou typů zkušebních těles leží ve stejné rovině a liší se pouze směrem svého šíření. V případě CT tělesa je to směr osy trubky (L) a v případě C tělesa je to směr radiální (R). Dále je patrné, že nepřítomnost ochranného pláště u dvouvrstvé trubky nemá na sledované hodnoty statisticky významný vliv. Toto lze vysvětlit jednak nízkou kohezí ochranného PPH pláště k nosné části trubky a také její malou tloušťkou v porovnání s tloušťkou stěny trubky.

Nejnižší kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 byly stanoveny na zkušebních tělesech typu SENB, což bylo způsobeno odlišnou geometrií a způsobem zatěžování tohoto typu tělesa.

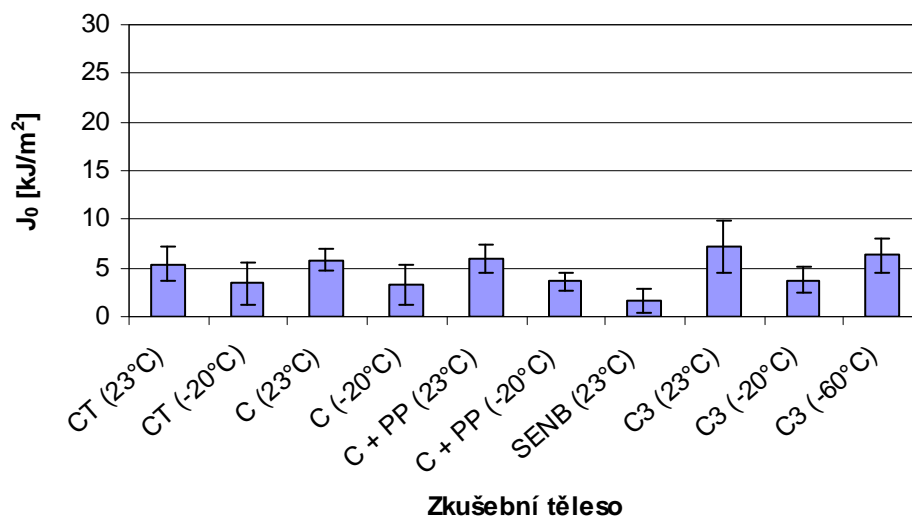
Z uvedených výsledků je dále patrné, že snížení teploty snižuje kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 . Je to jev očekávaný a způsobený zejména snížením pohyblivosti jednotlivých molekul a jejich částí, což vede k omezení deformační schopnosti materiálu.

Srovnáme-li výsledky stanovené na zkušebních tělesech typu C, které byly připraveny z obou typů vícevrstevných trubek vidíme, že vyšší kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 byly stanoveny u zkušebních těles připravených z trubky třívrstvé. Nicméně vzhledem k uvedené chybě měření se jedná o rozdíly minimální. Tento rozdíl může být způsoben jednak rozdílem v materiálech nosných částí obou vícevrstevných trubek (materiál PE100) a také vlivem vnější ochranné vrstvy u třívrstvé trubky. Ochranná vrstva vzniká při koextruzi trubky a tedy existují pevné vazby mezi střední nosnou vrstvou a vnější ochrannou vrstvou tohoto typu trubky. Oproti tomu u dvouvrstvé trubky tyto vazby mezi nosnou částí trubky a ochrannou vrstvou nejsou. Ochranná vrstva nemůže ke zvýšení odolnosti trubky vůči lomu přispět.

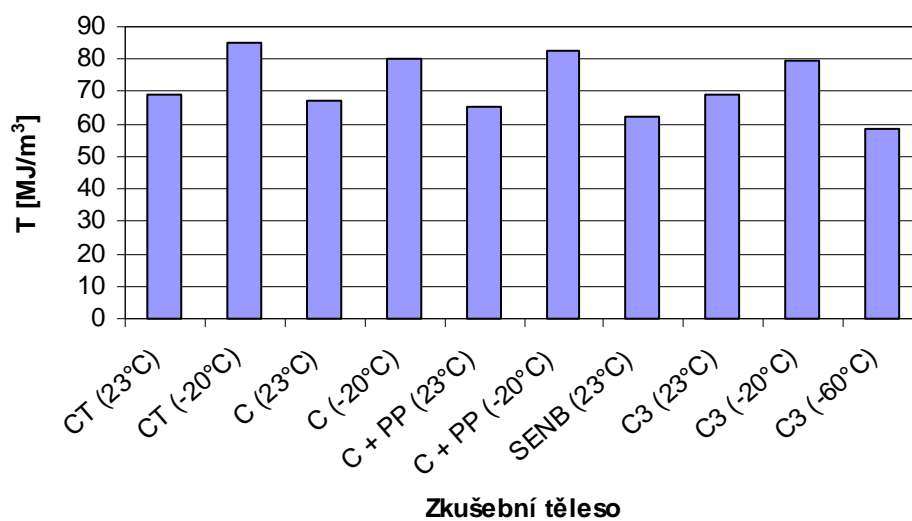
Stanovené hodnoty T modulu (tearing modul) kopírují trend výsledků kritických hodnot $J_{0,2}$ a J_0 . Hodnoty stanovené na zkušebních tělesech CT a C jsou v podstatě totožné. Nejnižší hodnoty T modulu (tearing modul) byly zjištěny na zkušebních tělesech SENB. Toto je způsobeno odlišnou geometrií a způsobem zatěžování tohoto typu tělesa.



Obr. 104: Hodnoty $J_{0,2}$ stanovené na jednotlivých typech zkušebních těles. Pro dvouvrstvou trubku: CT těleso, C těleso s PPH ochrannou vrstvou, C těleso bez ochranné PPH vrstvy a SENB těleso. Pro třívrstvou trubku: C těleso (označené C3)



Obr. 105: Hodnoty J_0 stanovené na jednotlivých typech zkušebních těles. Pro dvouvrstvou trubku: CT těleso, C těleso s PPH ochrannou vrstvou, C těleso bez ochranné PPH vrstvy a SENB těleso. Pro třívrstvou trubku: C těleso (označené C3)



Obr. 106: Hodnoty T modulu stanovené na jednotlivých typech zkušebních těles. Pro dvouvrstvou trubku: CT těleso, C těleso s PPH ochrannou vrstvou, C těleso bez ochranné PPH vrstvy a SENB těleso. Pro třívrstvou trubku: C těleso (označené C3)

10 Diskuse výsledků

10.1 Vliv zpracovatelských podmínek na vnitřní strukturu nativních materiálů

Molekulární struktura

Metodami GPC, TREF a FTIR analýzy bylo provedeno hodnocení molekulární struktury experimentálních materiálů. Byl zaznamenán vliv rozdílných zpracovatelských podmínek, použitých stabilizátorů a mazadla na vnitřní strukturu polymerní matrice (tab. 4). To se projevilo změnami sledovaných strukturních parametrů viz. [103]. Dochází k nárůstu střední molární hmotnosti M_w a zvětšení šířky distribuce molárních hmotností charakterizované stupněm polydisperzity D materiálů zpracovaných na měkké sestavě segmentů. Materiál 6395 zpracovaný na tvrdé sestavě segmentů bez mazadla DYNAMAR FX9613 a stabilizátoru NAUGARD 445 má nejnižší hodnotu M_w a nejužší distribuci molárních hmotností.

Z hlediska počtu krátkých bočních větví SCB se jednotlivé materiály výrazně neliší. Jak bylo prokázáno v publikaci [104] je nutné pro dosažení požadovaných vlastností trubkových typů splnit podmínku obsahu bočních větví SCB > 4,5. Vyšší obsah SCB nad tuto hranici podporuje odolnost proti SCG, ale může negativně ovlivnit odolnost proti RCP.

Výsledky GPC analýzy jednotlivých frakcí experimentálních materiálů (obr. 30 až 36) ukazují rozdílný tvar distribuční křivky molárních hmotností pro jednotlivé frakce materiálů. Frakce F60 až F90 mají bimodální charakter, zatímco frakce F100 až F140 mají unimodální charakter. Frakce F60 až F90 jsou tedy tvořeny z homopolymeru o nízké molární hmotnosti a kopolymeru o vysoké molární hmotnosti. Jedná se tedy o ekvivalent k distribuční křivce molárních hmotností bimodálních HDPE materiálů třetí generace (kap. 2.2.2). Homopolymer o nízké molární hmotnosti dává materiálu lepší zpracovatelnost a tuhost, zatímco kopolymer o vysoké molární hmotnosti zvyšuje rázovou houževnatost materiálu a jeho odolnost proti SCG.

Nadmolekulární struktura

Metodou malo-úhlové rentgenové difrakce (small angle X-ray spectroscopy - SAXS) byla stanovena hodnota dlouhé periody LP charakterizující tloušťku lamely. Hodnota krystalinity Cr byla stanovena metodou diferenciální snímání kalorimetrie (Differential scanning calorimetry - DSC). Stanovené hodnoty dlouhé periody LP a krystalinity Cr jsou uvedeny na obr. 37 a 38 a také v tab. 10 a 11.

Vliv struktury materiálů na odolnost proti meznímu stavu pomalého šíření trhliny (SCG)

Byly provedeny zkoušky hodnotící odolnosti experimentálních nativních typů HDPE proti pomalému šíření trhliny (SCG). Konkrétně byl použit standardizovaný FNCT test

[75] a dvě krátkodobé alternativní zkoušky [29, 67]. Výsledky z těchto zkoušek jsou uvedeny v tab. 14 až 16 a na obr. 48 až 50.

Vyšší hodnoty času do lomu t_f byly stanoveny u materiálů, které byly připraveny na měkké sestavě segmentů. Srovnáme-li materiály 6395 a 6396 vidíme, že přítomnost mazadla DYNAMAR FX9613 a stabilizátoru NAUGARD 445 vedla ke zvýšení odolnosti materiálu proti SCG. Z uvedeného tedy vyplývá, že snížení energetického vstupu při granulaci vede k vyšší odolnosti materiálů proti pomalému šíření trhliny.

Srovnáme-li výsledky TREF analýzy s výsledky FNCT zkoušky vidíme, že klíčový vliv na odolnost materiálů proti pomalému šíření trhliny mají frakce F70 až F90 s bimodální distribucí molární hmotnosti. Materiály 6396 a 6398 mající v těchto frakcích sumárně největší zastoupení (tab. 9), vykazují nejdelší hodnoty času do lomu t_f . Dalším významným parametrem ovlivňujícím odolnost proti SCG je molární hmotnost molekul v těchto frakcích. Vyšší hodnota M_w v těchto frakcích (tab. 7) vede k delším časům do lomu t_f . Vliv M_w můžeme vysvětlit klíčovou funkcí spojovacích molekul při pomalém šíření trhliny. Mechanismus SCG je spojen s rozplétáním spojovacích molekul, které procházejí několika lamelami. Z tohoto důvodu existuje určitá minimální průměrná vzdálenost konců makromolekuly (obr. 39), kterou musí molekula mít aby mohla plnit funkci spojovací molekuly.

Vliv molární hmotnosti na odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny je vyjádřen na obr. 51. Se zvyšující se molární hmotností M_w roste čas do lomu t_f , tedy i odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny.

Vliv šířky distribuce molárních hmotností na odolnost materiálu proti SCG je vyjádřen závislostí času do lomu t_f na stupni polydisperzity D na obr. 52. S rostoucí šířkou distribuce molární hmotnosti M_w roste čas do lomu t_f a tedy i odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny SCG. Širší distribuce molárních hmotností představuje přítomnost jak nízkomolekulární, tak i vysokomolekulární frakce. Na obr. 51 vidíme pozitivní vliv vysokomolekulární frakce materiálu na jeho odolnost proti SCG. Nízkomolekulární frakce ji chrání (maže) při zpracování materiálu a brání její porušování při granulaci.

Vliv nadmolekulární struktury na odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny je zobrazen na obr. 53 a 54. Hodnoty času do lomu t_f klesají s rostoucí tloušťkou lamely definovanou dlouhou periodou LP . S rostoucí krystalinitou Cr klesá odolnost materiálů proti pomalému šíření trhliny, což souvisí s nižším obsahem spojovacích molekul a může tak odrážet změny vnitřní struktury matrice způsobené rozdílnými podmínkami granulace výchozího polymeru.

Byla prokázána dobrá korelace mezi FNCT testem a výsledky multi-rychlostního testu (obr. 55 a 56). Z uvedeného vyplývá, že materiály mající vyšší hodnotu efektivního napětí σ_0 budou dosahovat při FNCT testu vyšší hodnoty času do lomu t_f . Multi-rychlostní test může být použit jako alternativní krátkodobá zkouška hodnotící předpoklad daného materiálu k dosažení delších nebo kratších časů do lomu t_f na základě FNCT testu. Dobrá korelace mezi výsledky FNCT testu a multi-rychlostního testu byla potvrzena také na materiálech třetí generace PE100 a PE100 RC [104].

Výsledky normovacího testu jsou zobrazeny na obr. 50. Metoda je vhodná spíše pro oddělení velmi špatných materiálů z hlediska jejich potenciální odolnosti proti pomalému šíření trhliny od materiálů velmi dobrých.

Vliv struktury materiálů na odolnost proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny (RCP)

Pro každý materiál byly na základě PSI testu stanoveny 4 hodnoty dynamické lomové houževnatosti $G_{D,C}$, $G_{D,C}(cor)$, $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$ za teploty 0 °C a 23 °C.

Z hlediska parametrů $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$ vykazují nejvyšší odolnost proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny materiály označené jako 402 a 6397. Nejnižší pak materiál označený jako 6396. Stejně pořadí materiálů bylo zjištěno jak při zkoušce za teploty 0 °C tak i 23 °C. Rozdíly mezi $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$ jsou u všech materiálů v rozmezí 0,3 až 0,5 kJ/m².

Na základě parametrů $G_{D,in}$ vykazují za teploty 23 °C nejvyšší odolnost proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny materiály označené jako 402 a 6397. Nejnižší pak materiály označené jako 2067 a 6396. Nicméně z hlediska statistiky se jeví rozdíly mezi jednotlivými experimentálními materiály hodnocenými na základě parametru $G_{D,in}$ nebo $G_{D,in}(cor)$ jako nevýznamné. Platí to i pro výsledky zkoušek při teplotě 0 °C. Rozdíly mezi $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$ jsou u všech materiálů v rozmezí 0,3 až 0,6 kJ/m², tedy obdobné jako v případě parametrů $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$.

Korekce nemá vliv na pořadí experimentálních materiálů z hlediska jejich odolnosti proti meznímu stavu RCP.

Z výsledků uvedených na obr. 59 až 62 vyplývá rozdílný vliv snížení teploty zkoušky na sledované parametry. V případě parametrů $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$, které jsou spojeny s celkovou energií na porušení vzorku (tedy i s energií potřebnou na šíření trhliny) dochází k jejich výraznému poklesu při teplotě 0 °C. Naopak v případě parametrů $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$ k jejich poklesu při teplotě 0 °C nedochází. Tento rozdíl je způsoben energií potřebnou pro šíření trhliny, která je obsažena v parametrech $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$. Při teplotě 23 °C je proces šíření trhliny energeticky náročnější než při teplotě 0 °C, což je spojeno s omezením pohyblivosti molekul a jejich částí při snížené teplotě.

Na základě zjištěných výsledků se zdá být výhodnější použít pro rychlé porovnání jednotlivých materiálů mezi sebou parametr $G_{D,C}$, případně $G_{D,C}(cor)$.

Z hlediska mezního stavu RCP je významný podíl materiálu v unimodálních frakcích F100 až F140 (tab. 9). Materiály 6395 a 6397, které mají v těchto frakcích sumárně největší zastoupení, vykazují v rámci sledované skupiny materiálů, vyšší hodnoty $G_{D,C}(cor)$. Tyto materiály mají také vyšší hodnoty krystalinity stanovené při DSC měření, což odpovídá výsledkům TREF analýzy, tedy že jako poslední frakce jsou eluovány frakce s vyšší krystalinitou. Uvedené frakce obsahují vysokomolekulární homopolymer, který díky nižšímu množství krátkých bočních větví SCB lépe krystalizuje a tvoří tlustší lamely. To se projevuje vyšší odolností materiálu proti RCP.

Vliv molekulární struktury na odolnost proti rychlému šíření trhliny RCP je zobrazen na obr. 63 a 64. Zatímco hodnota parametru $G_{D,C}(cor)$ v závislosti na molární hmotnosti materiálu M_w klesá vidíme, že vyšší hodnota molární hmotnosti M_w frakce F100 vede k lepší odolnosti materiálu vůči RCP. Obdobné výsledky můžeme sledovat i v případě vlivu stupně polydisperzity D frakce F100. Z uvedených výsledků vyplývá významný vliv frakce F100 na odolnost materiálu vůči RCP.

Vliv nadmolekulární struktury na odolnost materiálu proti rychlému šíření trhliny je zobrazen na obr. 65 až 67. Hodnoty parametru $G_{D,C}(cor)$ rostou s rostoucí tloušťkou lamely definovanou dlouhou periodou LP i s rostoucí krystalinitou materiálu Cr . Vyšší podíl pevnějších krystalických oblastí v materiálu zvyšuje odolnost materiálu proti RCP. Současně dochází ke snížení hustoty spojovacích molekul mezi krystalickými lamelami. Toto může vést ke snížení odolnosti materiálu proti SCG.

Vzhledem k nedostatečnému množství experimentálních materiálů, které neumožnilo výrobu trubek pro S4 test byla korelace mezi výsledky PSI testu a S4 testu provedena na vzorku 402 a dalších 2 provozních typech HDPE materiálů druhé generace. Srovnání výsledků PSI testu a S4 testu jsou zobrazeny na obr. 69. Na základě zjištěného trendu je zřejmé, že výsledky PSI testu umožňují predikovat, zda materiál bude při S4 testu dosahovat vyšší či nižší hodnoty kritického tlaku p_{CS4} tedy zda je možné předpokládat, že daný materiál bude vykazovat dobrou odolnost proti rychlému šíření trhliny.

10.2 Hodnocení vícevrstvých trubek na základě parametrů LELM a EPLM

V rámci experimentální části disertační práce bylo studováno lomové chování dvouvrstvé trubky s rozměrově připočitatelným ochranným pláštěm a třívrstvé trubky s integrovanou ochrannou vrstvou. Uvedený výzkum byl proveden ve spolupráci s Ústavem fyziky materiálů AV ČR a Polymer Institute Brno, spol. s r. o.

V pracích zaměřených na studium kinetiky porušování trubkových typů PE [117, 118] bylo prokázáno, že součinitel intenzity napětí K je dobrý korelační parametr pro prvotní odhad odolnosti materiálu proti mechanismu pomalého šíření trhliny (SCG), která je vyjádřena na základě urychlených zkoušek časem do lomu t_f . Dalším v případě HDPE vhodnějším [117, 118] korelačním parametrem pro odhad odolnosti materiálu proti mechanismu pomalého šíření trhliny je J integrál. Z tohoto důvodu bylo provedeno hodnocení experimentálních trubek na základě těchto parametrů.

V rámci disertační práce byly navrženy 2 typy nehomogenních zkušebních těles, která byla připravena obráběním z experimentálních trubek. Nehomogenní modifikované SENB těleso a nehomogenní tahové C těleso. Oba typy těles simulují iniciaci porušení v radiálním směru od vnitřní stěny trubky, tedy v takovém směru, který je v praxi nejběžnější.

Vzhledem k tomu, že se uvedené vzorky odlišují od běžně používaných zkušebních těles (svojí heterogenitou a tvarem), bylo nutné ověřit zda jsou získané výsledky konzervativní a tedy použitelné pro predikci chování celé trubky. Na základě experimentálních výsledků předkládané disertační práce byl sestaven na Ústavu fyziky materiálů AVČR numerický model, který byl publikován v disertační práci Lucie Šestákové [105] a dále v [106, 107, 108].

Pro oba typy nehomogenních vzorků byly na základě numerické simulace sestaveny K -kalibrační křivky, a to pro tři zvolené teploty (23 °C, -20 °C a -60 °C) a obě experimentální trubky. Proložení K -kalibračních křivek polynomem byly získány (tab. 22 a 23) kalibrační (tvarové) funkce $f(a/W)$ potřebné pro výpočet součinitele intenzity napětí K_I , respektive jeho kritické hodnoty K_{IC} podle vztahu (40).

S využitím koncepce dvouparametrové lomové mechaniky bylo prokázáno, že oba typy navržených nehomogenních zkušebních těles umožňují získat konzervativní hodnoty součinitele intenzity napětí K , respektive lomové houževnatosti K_{IC} . Z grafů na obr. 82 vyplývá, že hodnoty lomové houževnatosti K_{IC} stanovené na malých zkušebních tělesech jsou konzervativní, protože hodnota parametru biaxility B (a tím i míra stísnění plastické deformace před vrcholem trhliny – míra „constraintu“) je u těchto těles vyšší než u reálné trubky.

Navržená zkušební tělesa mohou být použita pro odhad odolnosti trubek proti mechanismu pomalého šíření trhliny celých trubek.

Byly provedeny zkoušky založené na principech lineární elastické lomové mechaniky (LELM) a elasto-plastické lomové mechaniky (EPLM). Pro vzájemné porovnání dvouvrstvé a třívrstvé trubky byly zvoleny hodnoty lomové houževnatosti vyjádřené formou kritických hodnot součinitele intenzity napětí K_{IC} a kritických hodnot J integrálu $J_{0,2}$ a J_0 .

10.2.1 Hodnocení na základě dynamické lomové houževnatosti K_{IQd}

Na základě zkoušky rázem v ohybu [101, 116], provedené na nehomogenních modifikovaných zkušebních SENB tělesech byly stanoveny hodnoty dynamické lomové houževnatosti.

Pro výpočet provizorních hodnot dynamické lomové houževnatosti K_{IQd} byly použity korekční funkce $f(a/W)$ pro nehomogenní a homogenní modifikované SENB těleso stanovené pomocí numerického modelu (tab. 22 a 23). Dále byla použita korekční funkce $f(a/W)$ platná pro standardní homogenní SENB těleso podle [101].

Pro žádnou ze zkoušených konfigurací nebyly splněny podmínky platnosti rovinné deformace viz. vztah (42). Byly stanoveny hodnoty provizorních lomových houževnatostí K_{IQd} , které jsou závislé na geometrii zkušebního tělesa, tedy na tloušťce vzorku, délce trhliny a rozměru vzorku pod vrubem (ligamentu). Tyto hodnoty jsou porovnatelné pouze při použití shodné geometrie zkušebních těles.

V tab. 24 až 26 a na obr. 83 až 85 jsou uvedeny hodnoty K_{IQd} stanovené pomocí tří různých tvarů korekční funkce $f(a/W)$.

Hodnoty provizorní lomové houževnatosti K_{IQd} vypočítané s použitím kalibrační funkce $f(a/W)$ pro nehomogenní modifikované SENB těleso jsou v rámci chyby měření shodné s výsledky provizorní lomové houževnatosti K_{IQd} vypočítané s použitím kalibrační funkce $f(a/W)$ pro homogenní modifikované SENB těleso. Uvedené odpovídá výsledkům numerického modelu. Malý rozdíl v elastických vlastnostech jednotlivých vrstev experimentálních vícevrstevých trubek umožňuje použít pro výpočet provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_{IQd} kalibrační funkci $f(a/W)$ pro homogenní modifikované SENB těleso, aniž bychom se dopustili významné chyby. V případě experimentálních měření byly rozdíly mezi výsledky stanovenými pomocí kalibračních funkcí $f(a/W)$ pro nehomogenní a homogenní SENB těleso v rozmezí 7 až 17%.

Použití kalibrační funkce $f(a/W)$ pro standardní homogenní SENB těleso tak jak je uvedeno v literatuře [101] vede ke statisticky významně odlišným a navíc nekonzervativním výsledkům ve srovnání s předchozími dvěma případy. Uvedený

rozdíl je způsoben odlišným tvarem modifikovaného SENB zkušební tělesa od SENB tělesa standardního tvaru. V případě experimentálních měření byly rozdíly mezi výsledky stanovenými pomocí kalibračních funkcí $f(a/W)$ pro nehomogenní modifikované a standardní SENB těleso v rozmezí 14 až 86%.

Při zkoušce rázem v ohybu nebyly stanoveny platné hodnoty dynamické lomové houževnatosti K_{ICd} . V případě tloušťky vzorku 10 mm byla při teplotě 23°C stanovena vyšší hodnota parametru K_{IQd} u tělesa z dvouvrstvé trubky, je zde tedy předpoklad vyšší odolnosti proti mechanismu pomalého šíření trhliny této trubky. Nicméně je třeba zopakovat, že toto porovnání není provedeno na základě hodnot dynamické lomové houževnatosti K_{ICd} , ale na základě provizorních hodnot dynamické lomové houževnatosti K_{IQd} , které jsou závislé na geometrii zkušební tělesa a nejsou tedy materiálovou charakteristikou.

Stanovené provizorní hodnoty K_{IQd} leží v rozsahu publikovaných hodnot lomové houževnatosti PE materiálů [98, 119], který je 1,7 až 8 MPa.m^{1/2}.

10.2.2 Hodnocení na základě J-R křivky

Podle normy ASTM D6068 [77] byly experimentálně sestaveny J-R křivky. V případě dvouvrstvé trubky byly zkoušky provedeny na homogenních CT tělesech a SENB tělesech [77]. Dále byla zkoušena homogenní a nehomogenní C tělesa, jejichž geometrie byla volena podle [78, 109]. Vzhledem k tomu, že směr šíření trhliny u trubek při pomalém šíření trhliny (SCG) obvykle odpovídá směru C-R (normála lomové plochy ve směru obvodovém C – směr šíření trhliny ve směru radiálním R) [109] byla v případě třívrstvé trubky zkoušena pouze nehomogenní C tělesa (homogenní C tělesa nebylo možné z třívrstvé trubky připravit). Zkoušky byly provedeny při teplotách 23 °C, -20 °C a -60 °C. Byly stanoveny kritické hodnoty J integrálu J_0 a $J_{0,2}$ a hodnoty T modulu (tearing modul).

Vzhledem k tomu, že byla zkušební tělesa připravena přímo z trubek byl pro zkoušky CT těles navržen speciální přípravek umožňující správně uchytit CT těleso a simulovat rozevírání trubky při šíření trhliny v podélném směru (obr. 86).

Kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 stanovené na zvolených zkušebních tělesech jsou přehledně uvedeny ve sloupcových grafech zobrazených na obr. 104 a 105. Získané výsledky odpovídají hodnotám publikovaným v literatuře pro tento typ materiálů [78, 79, 90] $J_0 = 3$ až 6 kJ/m² a $J_{0,2} = 13$ až 110 kJ/m².

V případě dvouvrstvé trubky není statisticky významný rozdíl ve výsledcích stanovených na zkušebních tělesech typu CT a C. Trhlina u těchto dvou typů zkušebních těles leží ve stejné rovině a liší se pouze směrem svého šíření. V případě CT tělesa je to směr osy trubky a v případě C tělesa je to směr radiální. Dále je patrné, že přítomnost ochranné vrstvy u dvouvrstvé trubky nemá na sledované hodnoty statisticky významný vliv. Plní zde pouze ochrannou funkci a brání poškrábání nosné trubky během poklady.

Nejnižší kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 byly stanoveny na zkušebních tělesech typu SENB. To je způsobeno odlišnou geometrií a způsobem zatěžování tohoto typu tělesa v porovnání s tělesy CT a C.

Z uvedených výsledků vyplývá, že snížení teploty snižuje kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 , což je jev očekávaný a způsobený snížením pohyblivosti jednotlivých molekul a jejich částí. Toto vede k omezení deformační schopnosti materiálu.

V případě C těles byly vyšší kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 stanoveny u zkušebních těles připravených z třívrstvé trubky. Nicméně, vzhledem k uvedené chybě měření se jedná o rozdíly minimální, které mohou být způsobeny jednak materiálem nosných částí trubek (v obou případech PE100) a dále také vlivem vnější ochranné vrstvy třívrstvé trubky. Ochranná vrstva vzniká při koextruzi trubky. Existují zde pevné vazby mezi střední nosnou vrstvou a vnější ochrannou vrstvou tohoto typu trubky. Oproti tomu u dvouvrstvé trubky tyto vazby mezi nosnou částí trubky a její ochrannou vrstvou nejsou. Ochranná vrstva nemůže ke zvýšení odolnosti dvouvrstvé trubky vůči lomu přispět.

Stanovené hodnoty T modulu (tearing modul) kopírují trend výsledků kritických hodnot $J_{0,2}$ a J_0 . Hodnoty stanovené na zkušebních tělesech CT a C jsou v podstatě totožné. Nejnižší hodnoty T modulu (tearing modul) byly zjištěny na zkušebních tělesech SENB, což je způsobeno odlišnou geometrií a způsobem zatěžování tohoto typu tělesa.

11 Závěry

Nativní trubkové typy vysokohustotního polyetylénu HDPE

Na základě výsledků strukturních analýz a mechanických zkoušek u vybrané série experimentálních trubkových typů vysokohustotního polyetylénu (HDPE) druhé generace lze učinit následující závěry:

- Byly nalezeny korelace mezi vnitřní strukturou polymerní matrice a mechanickými vlastnostmi testovaných vzorků.
- Strukturních změn bylo dosaženo pomocí zpracovatelských podmínek. Při podmínkách s menším energetickým vstupem dochází k nárůstu střední molární hmotnosti M_w a širší distribuci molárních hmotností.
- Vyšší hodnota střední molární hmotnosti M_w a širší distribuce molárních hmotností experimentálních materiálů zlepšují odolnost materiálů proti pomalému šíření trhliny (SCG).
- Strukturní změny matrice byly posuzovány na frakcích jednotlivých experimentálních materiálů. Materiály byly na jednotlivé frakce rozděleny na základě jejich schopnosti krystalizovat z roztoku. Frakce byly označeny podle teploty, při které byly odebrány. Hodnocení bylo provedeno na základě stanovení obsahu jednotlivých frakcí, stanovení molární hmotnosti a distribuce molárních hmotností jednotlivých frakcí a dále potom na stupni krystalinity a dlouhé periodě jednotlivých materiálů. Frakce s bimodální distribucí molárních hmotností (F70 až F90) pozitivně ovlivňují odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG). Vyšší podíl materiálu v těchto frakcích zvyšuje jeho odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG). Vyšší hodnota střední molární hmotnosti M_w v těchto frakcích zvyšuje odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny (SCG).
- Frakce s unimodální distribucí molárních hmotností (F100) pozitivně ovlivňuje odolnost materiálů proti rychlému šíření trhliny (RCP). Vyšší podíl materiálu v této frakci zvyšuje jeho odolnost proti rychlému šíření trhliny (RCP). Vyšší hodnota střední molární hmotnosti M_w a širší distribuce molárních hmotností v této frakci zvyšuje odolnost materiálu proti rychlému šíření trhliny (RCP).
- Materiály s vyšší krystalinitou Cr vykazují nižší odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG) a zároveň vyšší odolnost proti rychlému šíření trhliny (RCP).
- Materiály s větší tloušťkou lamel, definovanou délkou periody LP , vykazují nižší odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG) a zároveň vyšší odolnost proti rychlému šíření trhliny (RCP).
- Byla prokázána dobrá korelace mezi výsledky standardizovaného FNCT testu a multi-rychlostního krátkodobého testu. Materiály s vyšší hodnotou efektivního napětí σ_0 dosahují při FNCT testu vyšší hodnoty času do lomu t_f .

- Multi-rychlostní tahový test může být použit jako alternativní krátkodobá zkouška hodnotící předpoklad daného materiálu k dosažení delších nebo kratších časů do lomu při FNCT testu.

Komerčně vyráběné vícevrstvé trubky

Na základě mechanických zkoušek malých zkušebních tělesech, která byla připravena z experimentálních, komerčně vyráběných vícevrstvých trubek, můžeme formulovat následující závěry:

- Na základě provedených experimentů byl na Ústavu fyziky materiálů AV ČR sestaven numerický model zaměřený na lomové chování vícevrstvých trubek.
- Byly navrženy 2 typy nehomogenních zkušebních těles. Modifikované nehomogenní SENB těleso a nehomogenní tahové C těleso, která umožňují získat konzervativní hodnoty lomové houževnatosti K_{IC} a mohou být použita pro hodnocení celých trubek.
- Pro výpočet lomové houževnatosti K_{IC} navržených modifikovaných nehomogenních SENB zkušebních těles nemůže být použita standardní kalibrační funkce $f(a/W)$, která je platná pro standardní tvar homogenního SENB tělesa. Z tohoto důvodu byly stanoveny kalibrační funkce $f(a/W)$ platné pro navržené modifikované SENB těleso.
- Pro odhad lomové houževnatosti K_{IC} vícevrstvého systému (dvouvrstvá nebo třívrstvá trubka) lze při experimentálním měření použít korekční funkci $f(a/W)$ stanovenou pro danou geometrii zkušebního tělesa a homogenní materiál.
- Zkouškou rázem v ohybu nebyly získány platné hodnoty dynamické lomové houževnatosti K_{IQd} . Byly stanoveny hodnoty provizorní lomové houževnatosti K_{IQd} , které jsou platné pro danou geometrii zkušebního tělesa.
- Pro zkoušky CT těles a stanovení J-R křivky byl navržen speciální přípravek simulující působení obvodového napětí při rozevírání trubky a šíření trhliny v podélném směru.
- Nebyl pozorován statisticky významný rozdíl v kritických hodnotách J integrálu $J_{0,2}$ a J_0 stanovených na CT tělese a tahovém C tělese. Vzhledem ke způsobu přípravy zkušebních těles, způsobu zatěžování a orientaci trhliny je výhodnější použití tahového C tělesa.
- V případě dvouvrstvé trubky nebyl experimentálně zjištěn vliv vnější ochranné vrstvy na kritické hodnoty J integrálu $J_{0,2}$ a J_0 . Vrstva chrání nosnou trubku proti poškození a neovlivňuje lomové chování trubky jako celku.
- Nebyl zjištěn statisticky významný rozdíl v kritických hodnotách J integrálu $J_{0,2}$ a J_0 mezi dvouvrstvou a třívrstvou trubkou.

12 Literatura

- [1] RAAB, M. *MATERIÁLY A ČLOVĚK : Netradiční úvod do současné materiálové vědy*. 1. vydání. Praha : Encyklopedický dům, 1999. 228 s. ISBN 80-86044-13-0.
- [2] RAYNAUD, M. A view of European plastic pipes market in a global scenario. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [3] NEZBEDOVÁ, E. Hodnocení životnosti plynovodu z HDPE materiálu. *Slovgas*. 2005, 4, s. 4-7.
- [4] STEWARD, R. Plastic pipe corrosion resistance, ease of installation stimulate demand for plastic pipe. *Plastics Engineering*. 2005, vol. 61, no. 1, s. 14-21.
- [5] RYCHTER, R. Plastic Pipes: Opening New Dimensions. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [6] THOMPSON, D. PVC in the Third Millennium. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [7] HACKWELL, B. The Market for thermoplastic Pipe in Europe. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [8] HARRIS, R. J. Harnessing Technology to Deliver Real Value. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [9] BERTHOLD, J.; BÖHM, M., et al. Multimodal Design of Thermoplastic Pipe Material. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [10] Technická informace 308.620 11.00 firmy REHAU, s r.o.. Systém plynových trubek ze síťovaného polyetylenu (RAU-PE-Xa): Kvalita a jistota pro generace. [s.l.]: REHAU, s r.o., 2005.
- [11] FRIED, S.; HARGET, D.; HAUKE, P. High Performance Fusion Jointing of PE-X Pipes. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [12] PALMLÖF, M. New possibilities for silan PEX materials. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [13] Katalog firmy BSG Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG. High-Tech pro trubky s výjimečnými vlastnostmi. [s.l.]: BSG Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG, 2005.
- [14] ECKERT, R. Joining of PE-X Pipes. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [15] PALMLÖF, M. PE-X for Gas and Water Pipes. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.

- [16] BELOW H.; QUILITZ, G.; SCHUMANN, W. Electron Beaming of Large Diameter Thick-Walled Polyethylene Pipes (PE-Xc). *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [17] EBNER, K. Latest Trends and Developments of PP for Piping Applications. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [18] EK, C. G. Stiff PP: The New Generation Polypropylene Block Copolymer for Non-Pressure Pipe Applications. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [19] RYDIN, C. Polypropylene Multilayer Coating Systems for the Offshore Pipeline Industry. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [20] SCHEMM F., et al. Polybutene-1 Entering the next generation. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [21] WOLF, R.; DANG, P.; PATADIA, H. An Evaluation of Polyamide 11 for Use in Natural Gas Distribution Systems Operating at High Pressures and Temperatures. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [22] MASON, J.; et al. Technical Review of Rilsan Polyamide-11 High Pressure Natural Gas Pipe Field Installations, Coiling Studies, and Pipe Durability Testing. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [23] LAURENT E.; HUGUES, F. Polyolefin Pipes with Functional Layer(s) Extend a Competitive Edge of Plastic Pipes. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [24] prEN 12201-1:2011. *Plastics piping systems for water supply, and for drainage and sewerage under pressure – Polyethylene (PE) – Part 1: General*. Brusel : European Committee for Standardization, 2011. 16 s.
- [25] ČSN EN ISO 1167-1 . *Trubky, tvarovky a sestavy z termoplastů pro rozvod tekutin - Stanovení odolnosti vnitřnímu přetlaku - Část 1: Obecná metoda*. Praha : Český normalizační institut, 2009. 16 s.
- [26] ČSN EN 1555-1. *Plastové potrubní systémy pro rozvod plynných paliv - Polyethylen (PE) - Část 1: Všeobecně*. Praha: Český normalizační institut, 2011. 20 s.
- [27] ISO 161-1:1996. *Thermoplastics pipes for the conveyance of fluids -- Nominal outside diameters and nominal pressures -- Part 1: Metric series*. Geneva : International Organization for Standardization, 1996. 20 s.
- [28] Katalog firmy Pipelife Norge a.s.. Benefit from the PE pipe's unequalled properties wherever your project is - PE pipe systems. [s.l.]: Pipelife Norge a.s., 2004.

- [29] JIVRAJ, N., et al. Ductile Failure and Delayed Necking in Polyethylene. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [30] POKLUDA, J; KROUPA, F; OBDŘÍŽÁLEK, L. *Mechanické vlastnosti a struktura pevných : (Kovy, keramika, plasty)*. Vydání první. Brno : PC-DIR spol. s r.o., 1994. 385 s. ISBN 80-214-0575-9.
- [31] KRISHNASWAMY, R. K. Analysis of ductile and brittle failures from creep rupture testing of high-density polyethylene (HDPE) pipes. *Polymer*. 2005, vol. 46, no. 25, s. 11664-11672.
- [32] NAYYAR, M. L. *Piping Handbook : (7th Edition)*. [New York] : McGraw-Hill, 2000. 2256 s.
- [33] WARD, A. L., et al. The mechanism of slow crack growth in polyethylene by an environmental stress cracking agent. *Polymer*. 1991, vol. 32, no. 12, s. 2172-2178.
- [34] BEECH, S. H.; CLUTTON, E. Q. Interpretation of the Results of the Full Notch Creep Test and a Comparison with the Notched Pipe Test. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [35] BEECH, S. H.; FERGUSON, C. R.; CLUTTON, E. Q. Mechanisms of Slow Crack Growth in PE Pipe Grades. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [36] BHATTACHARYA, S. K.; BROWN, N. Micromechanisms of crack initiation in thin films and thick sections of polyethylene. *Journal of Materials Science*. 1984, Vol. 19, No. 8, s. 2519-2532.
- [37] LU, X.; QIAN, R; BROWN, N. Discontinuous crack growth in polyethylene under a constant load. *Journal of Materials Science*. 1991, vol. 26, no. 4, s. 917-924.
- [38] LU, X.; WANG, X.; BROWN, N. Slow fracture in homopolymer and copolymer of polyethylene. *Journal of Materials Science*. 1988, Vol. 23, s. 643– 648.
- [39] STEPHENNE, V., et al. Influence of the Molecular Structure on Slow Crack Growth Resistance and Impact Fracture Toughness in Cr-catalyzed Ethylene-Hexene Copolymers for Pipe Applications. *Journal of Applied Polymer Science*. 2001, vol. 82, Issue 4, s. 916-928.
- [40] LU, X; QIAN, R; BROWN, N. Notchology – the effect of the notching method on the slow crack growth failure in a tough polyethylene. *Journal of Materials Science*. 1991, vol. 26, no. 4, s. 881-888.
- [41] NISHIMURA, H.; KAWAGUCHI, T. An Evaluation Method for Slow Crack Growth on Polyethylene Pipes for Gas Distribution. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.

- [42] NEZBEDOVÁ, E.; VLACH, B.; LANGER, P. Strain Behaviour of Pipes Material under Dynamic Load. *Engineering Mechanics*. 2004, vol. 11, no.5, s.325-328.
- [43] VIENNE, J.; VANSPEYBROECK, P. Evaluation of the S4 Test (ISO 13477) for Large Diameter Polyethylene Pressure Pipes. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [44] VANSPEYBROECK, P. RCP, After 25 years of debates, Finally mastered by two ISO-test. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [45] LEEVERS, P. S.; MORGAN, R. E. Impact Fracture of Polyethylene: a Non-Linear-Elastic Thermal Decohesion Model. *Engineering Fracture Mechanics*. 1995, vol. 52, no. 6, s. 999-1014.
- [46] NEZBEDOVÁ, E.; KUČERA, J.; VLACH, B. Fracture Behaviour of HDPE under Dynamic Load. *Engineering Mechanics*. 1998, vol. 5, no.3, s.169-174.
- [47] ZHUANG, Z.; O'DONOGHUE, P. E. Determination of material fracture toughness by a computational/experimental approach for rapid crack propagation in PE pipe. *International Journal of Fracture*. 2000, vol. 101, no. 3, s.251-268.
- [48] LEEVERS, P. S. Impact and dynamic fracture of tough polymers by thermal decohesion in Dugdale zone. *International Journal of Fracture*. 1995, vol. 73, no. 4, s. 109-127.
- [49] LEEVERS, P. S. Rapid crack propagation in pressurised plastic pipe - I. Full scale and small scale RCP testing. *Engineering fracture mechanics*. 1992, vol. 42, no. 4, s. 663-673.
- [50] GREENSHIELDS, C. J.; LEEVERS, P. S. Rapid crack propagation in plastic water pipes: measurement of dynamic fracture resistance. *International Journal of Fracture*. 1996, vol. 79, no. 1, s. 85-95.
- [51] BROWN, N.; LU, X. The dependence of rapid crack propagation in Polyethylene pipes on the plane stress fracture energy of the resin. *Polymer engineering and science*. 2001, vol. 41, no.7 s. 1140– 1145.
- [52] LEEVERS, P. S.; MORENO, L.; PAIZIS, A. The Ductile-Brittle Transition in Pipe-Grade Polyethylenes. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [53] DAVIS, P.; HILLMANSEN, S.; LEEVERS, P. S. Small-Scale Testing for Brittle-Tough Transitions of Rapid Crack Propagation in PE Pipelines. In *58th Annual Technical Conference of the Society of Plastics Engineers*. Brookfield : CRC Press, 2000. s. 3153-3157.
- [54] RITCHIE, S. J. K.; DAVIS, P.; LEEVERS, P. S. Brittle-tough transitions of rapid crack propagation in polyethylene. *Polymer*. 1998, vol. 39, no. 25, s. 6657-6663.

- [55] LEEVERS, P. S.; VENIZELOS, G.; IVANKOVIC, A. Rapid crack propagation along pressurized PE pipe: small-scale-testing and numerical modelling. *Construction and Building Materials*. 1993, vol. 7, , no. 3, s.179-184.
- [56] LEEVERS, P. S.; GREENSHIELDS, C. J. *The Application of Fracture Mechanics to Polymers, Adhesives and Composites*. [s.l.] : Elsevier, 2004. Critical Pressure for Rapid Crack Propagation in Thermoplastic Water Pipe, s. 103-108. ISBN 0080442056.
- [57] LEEVERS, P. S. *The Application of Fracture Mechanics to Polymers, Adhesives and Composites*. [s.l.] : Elsevier, 2004. Why Ductile Thermoplastic Sometimes Fracture under Impact, s. 63-69. ISBN 0080442056.
- [58] LEEVERS, P. S. Modelling impact fracture and RCP resistance of Thermoplastic from Cohesive Properties. In *ANTEC 2004 conference proceedings*. Brookfield : Society of Plastics Engineers, 2004. s. 3977-3981.
- [59] NEZBEDOVÁ, E. Přehled zkušebních metodik pro trubkové PE. Nepublikovaný materiál, 2006.
- [60] NEZBEDOVÁ, E. *Mechanismy porušování trubkových typů HDPE*. Brno : VUTUM, 2009. 31 s. Habilitační práce. FCH VUT v Brně. ISBN 978-80-214-3916-0.
- [61] NEZBEDOVÁ, E.; ŠINDELÁŘ, P.; BOHATÝ, P. Effect of Structural Parameters on RCP in Polyethylene. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [62] KARGER-KOCSIS, J. *The Application of Fracture Mechanics to Polymers and Composites*. [s.l.] : Elsevier, 2004. Fracture Mechanical Behaviour of Thermoplastic Polymers as a Function of Molecular and Supramolecular Variables, s. 25-29. ISBN 0080442056.
- [63] KRISHNASWAMY, R. K., et al. Rapid Crack Propagation Failures in HDPE Pipes: Structure – Property Investigations. *Polymer Engineering and Science*. 2006, vol. 46, no. 10, s. 1358-1362.
- [64] NEZBEDOVÁ, E.; ZAHRADNÍČKOVÁ, A.; SALAJKA, Z. Structural and Fracture Methods as Means of Predicting Lifetime of HDPE Pipes. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [65] ISO 9080:2003. *Plastics piping and ducting systems - Determination of the long-term hydrostatic strength of thermoplastics materials in pipe form by extrapolation*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2003. 24 s.
- [66] HAVERMANS-VAN BEEK, D. J. M., et al. An elegant and fast method to predict the slow crack growth behaviour of high density polyethylene pipe materials. *Proceedings of Plastics Pipes XV*. Vancouver, Canada, 19th – 22nd September 2010.

- [67] CASTAGNETTI, D.; DRAGONI, E.; SOMONAZZI, C. Quality Assessment of HDPE Pipes by Mechanical Testing. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [68] NEZBEDOVÁ, E. Hodnocení vad trubek, kontrola kvality. Hodnocení svarových spojů PE plynovodů. *Přednáška na konferenci Plasty v plynárenství*. Praha, Česká republika, 2006.
- [69] FLASHAD, M. Determination of the long-term hydrostatic strength of multilayer pipes. *Polymer Testing*. 2005, vol. 24, issue 8, s. 1041-1048.
- [70] ČSN EN ISO 13479. *Trubky z polyolefinů pro rozvod tekutin - Stanovení odolnosti proti šíření trhliny - Metoda zkoušení pro pomalý růst trhliny na trubkách opatřených vrubem*. [s.l.] : Český normalizační institut, 2010. 12 s.
- [71] ALLWOOD, W. J.; BEECH, S. H. The development of the 'notched pipe test' for assessment of the slow crack growth resistance of polyethylene pipe. *Construction and Building Materials*. 1993, vol. 7, no. 3, s. 157-162.
- [72] ISO 16241:2005. *Notch tensile test to measure the resistance to slow crack growth of polyethylene materials for pipe and fitting products (PENT)*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2005. 13 s.
- [73] BROWN, N.; ZHOU, Z. J. Developing PE 100 Resins with PAC Test. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [74] BROWN, N.; LU, X. The fracture mechanics of slow crack growth in polyethylene. *International Journal of Fracture*. 1995, vol. 69, no. 4, s. 371-377.
- [75] ISO 16770:2004. *Plastics - Determination of environmental stress cracking (ESC) of polyethylene - Full-notch creep test (FNCT)*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2004. 13 s.
- [76] PLUMMER, Ch. J. G.; GOLDBERG, A.; GHANEM, A. Micromechanisms of slow crack growth in polyethylene under constant tensile loading. *Polymer*. 2001, Vol. 42, issue 23, s. 9551-9564.
- [77] ASTM D6068 - 10 . *Standard Test Method for Determining J-R Curves of Plastic Materials*. [s.l.] : American Society for Testing and Materials , 2010. 8 s.
- [78] HAN, L.; DENG, Y.; LIU, C. The determination of J_{IC} for polyethylene pipe using non-standard arc-shaped specimen. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 1999, vol. 76, issue 9, s. 647 – 651.
- [79] LANGER, P.; FIEDLER, L.; VLACH, B; NEZBEDOVÁ, E. Stanovení odolnosti plastových trubek vůči stabilnímu šíření trhliny s využitím koncepce R-křivky. In *Víceúrovňový design pokrokových materiálů*. Brno : FSI VUT v Brně, 2005. s. 201-206. ISBN 80-239-6145-4.
- [80] FIEDLER, L.; VESELÝ, P.; VLACH, B.; NEZBEDOVÁ, E. Využití koncepce J – integrálu při hodnocení lomového chování pastových trubek. In *Zeszyty*

naukowe politechniki Opolskiej seria Mechanika. Opole : Politechnika Opolska, 2006. s. 137-142. ISSN 1429-6065.

- [81] LEEVERS, P. S.; HAZRA, S.; HILLMARSEN, S. Impact resistance of thermoplastics prediction from bulk properties. *Plastics, Rubber and Composites*. 2000, vol. 29, no. 9, s. 460-467. ISSN 1465-8011.
- [82] BOONE, P. M.; MARKOV, V. B.; VANSPEYBROECK, P. Holographic Investigation of Brittle Crack Propagation in Plastic Pipes. *Optics and Lasers in Engineering*. 1995, vol. 24, issues 2-3, s. 215-229.
- [83] ISO 13478:2007. *Thermoplastics pipes for the conveyance of fluids -- Determination of resistance to rapid crack propagation (RCP) -- Full-scale test (FST)*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2007. 14 s.
- [84] GREIG, J. M.; LEEVERS, P. S.; YAYLA, P. Rapid Crack Propagation in Pressurised Plastic Pipe – I. Full-Scale and Small-Scale RCP Testing. *Engineering Fracture Mechanics*. 1992, vol. 42, no. 4. s. 663-673.
- [85] ISO 13477:2008. *Thermoplastics pipes for the conveyance of fluids - Determination of resistance to rapid crack propagation (RCP) - Small-scale steady-state test (S4 test)*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2008. 15 s.
- [86] BROWN, N.; LU, X. The Dependence of Rapid Crack Propagation in Polyethylene Pipes on the Plane Stress Fracture Energy of the Resin. *Polymer Engineering and Science*. 2001, vol. 41, no.7, s. 1140-1145.
- [87] BROWN, N.; LU, X. Ductile Failure and Delayed Necking in Polyethylene. *Proceedings of Plastics Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [88] BROWN, N.; LU, X. Impact Test for Preventing RCP. In *Proceedings of Plastics Pipes X*. Goteborg. London : Inst. of Materials, 1998. s. 283-289.
- [89] NEZBEDOVÁ, E.; VLACH, B.; LANGER, P. Strain behaviour of pipes material under dynamic load. *Engineering Mechanics*. 2004, vol. 11, no. 5, s. 325-328. ISSN 1210-2717.
- [90] ANDERSON, T. L. *Fracture Mechanics, Fundamentals and Applications*. [s.l.] : CRC Press, 1995. 441 s. ISBN 0-8493-4260-0.
- [91] JANČÁŘ, J; NEZBEDOVÁ, E. *Základy lomové mechaniky plastů*. první vyd. Brno : Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2007. 33 s. ISBN 978-80-214-3453-0.
- [92] MENČÍK, J. *Pevnost a lom skla a keramiky*. 1. vyd. Praha : STNL, 1990. 392 s.
- [93] POKLUDA, J., et al. *Nový interdisciplinární předmět: Mechanické vlastnosti a struktura materiálů*. Brno : VUT Brno, 1997. 72 s.

- [94] ISO 11357-3:2011. *Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2011. 6 s.
- [95] ČSN EN ISO 1133. *Plasty - Stanovení hmotnostního (MFR) a objemového (MVR) indexu toku taveniny termoplastů*. Praha : Český normalizační institut, 2006. 20 s.
- [96] ČSN EN ISO 527-5. *Plasty - Stanovení tahových vlastností Část 2: Zkušební podmínky pro tvářené plasty*. Praha : Český normalizační institut, 1998. 12 s.
- [97] MRAVČÁKOVÁ, K. *Štúdium vplyvu spracovateľských podmienok a katalytického systému na štruktúru vysokohustotného PE*. Brno, 2006. 88 s. Diplomová práce. Masarykova universita, Přírodovědecká fakulta.
- [98] MEISSNER, B.; ZILVAR, V. *Fyzika polymerů – Struktura a vlastnosti polymerních materiálů*. Praha : SNTL, 1987. 308 s.
- [99] BÖHM, S.; SMRČKOVÁ-VOLTROVÁ, S. *Strukturní analýza organických sloučenin*. první vyd. Praha : VŠCHT Praha, 1995. 152 s. ISBN 80-7080-235-9.
- [100] ČSN EN ISO 293. *Plasty - Lisování zkušebních těles z termoplastů*. Praha : Český normalizační institut, 2006. 12 s.
- [101] GRELLMANN, W.; SEIDLER, S.; HESLE, W. *Prozedur zur Ermittlung des Risswiderstandsverhaltens aus dem Instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch. Zkušební předpis*, Institut für Polymerwerkstoffe e.V., 15 s., 1999.
- [102] ŠINDELÁŘ P.; NEZBEDOVÁ E.; BURÁŇ Z. Effect of Processing on the Lifetime of Pipe HDPE Grade. *Proceedings of Plastics Pipes XIII*, Washington, USA, 2nd – 5th October 2006.
- [103] FIEDLER, L., NEZBEDOVÁ, E., BALDRIÁN, Z., ŠINDELÁŘ, P., VLACH, B.: Structure versus toughness of HDPE. In *Proceedings of 11th Problemseminar Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen*. Merseburg : WKMP, 2008. 5 s.
- [104] NEZBEDOVÁ, E.; HUTAŘ, P.; KNĚSL, Z.; SADÍLEK, J. Accelerated test for PE100 and PE 100 RC pipes grades. In *Proceedings of Polymerwerkstoffe 2010*. Halle : Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 2010. ISBN 978-3-86829-282-4.
- [105] ŠESTÁKOVÁ, L. *Hodnocení stability obecných koncentrátorů napětí ve vrstevnatých materiálech*. Brno, 2009. 124 s. Dizertační práce. FSI VUT v Brně.
- [106] BAREŠ, P.; FIEDLER, L.; KNĚSL, Z. Two-Parameter Description of Fracture Toughness of PE Multilayer Pipe Materials. In *Proceedings of Polymerwerkstoffe 2006*. Halle : Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 2006. s. 158. ISBN 978-3-86010-856-7.
- [107] BAREŠ, P.; FIEDLER, L. Stanovení odolnosti HDPE materiálů vůči šíření trhlin z pohledu dvou-parametrové lomové mechaniky. In *Víceúrovňový design*

pokrokových materiálů. Brno : ÚFM AVČR Brno, 2006. s. 163-170. ISBN 80-239-6145-4.

- [108] ŠESTÁKOVÁ, L.; MAJER, Z.; FIEDLER, L.; KNĚSL, Z. K-Calibration of specimens used for lifetime estimation of multilayer pipes. In *Proceedings of 11th Problemseminar Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen*. Merseburg : WKMP, 2008. 4 s.
- [109] ASTM E399 - 09e2 . *Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of Metallic Materials*. [s.l.] : American Society for Testing and Materials , 2009. 33 s.
- [110] ŠESTÁKOVÁ, L.; HUTAŘ, P.; FIEDLER, L.; NÁHLÍK, L. K-kalibrace nehomogenních zkušebních těles typu C. In *10th International Scientific Conference - Applied Mechanics 2008 (full texts of paper and extended abstracts)*. Gliwice : Wydawnictwo Katedry Mechaniki Stosowanej, 2008. s. 24-31. ISBN 978-83-60102-49-7.
- [111] OWEN, D. R. J.; FAWKES, A. J. *Engineering Fracture Mechanics: Numerical Methods and Application*. Swansea : Pineridge Press Limited, 1983. 286 s. ISBN 84-89925-76-3.
- [112] MURAKAMI, Y., et al. *Stress Intensity Factors Handbook Vol. 1*. Tokyo : Pergamon Press, 1987. 1464 s. ISBN 0080348092.
- [113] KNĚSL, Z.; NEZBEDOVÁ, E.; VLACH, B. Fracture behavior of multilayer pipes. Part I: Numerical aspects. *Přednáška na Polymer Competence Center Leoben*. Leoben, Rakousko, 2006.
- [114] NEZBEDOVÁ, E.; VLACH, B.; KNĚSL, Z. Fracture behavior of multilayer pipes. Part II: Experimental aspects. *Přednáška na Polymer Competence Center Leoben*. Leoben, Rakousko, 2006.
- [115] NEZBEDOVÁ, E.; FIEDLER, L.; MAJER, Z.; VLACH, B.; KNĚSL, Z.: Fracture Toughness of Multi-layer Pipes, *Strength of Materials*. 2008, vol. 391, no. 1, s.146-149. ISSN 0556-171X
- [116] ISO 13586:2000. *Plastics - Determination of fracture toughness (GIC and KIC) - Linear elastic fracture mechanics (LEFM) approach*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2000. 16 s.
- [117] BASSANI, J. L.; BROWN, N.; LU, X. J-integral correlation of the initiation of slow crack growth in linear polyethylene. *International Journal of Fracture*. 1988, vol. 38, no. 1, s. 43-59.
- [118] LU, X.; BROWN, N. A Unification of Ductile Failure and Slow Crack Growth in an Ethylene – Octene Copolymer. *Journal of material science*. 1991, vol. 26, no. 3, No. 3, s.612-620. ISSN 0022-2461.

- [119] PAVAN, A. *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites*. [s.l.] : Elsevier, 2001. Determination of fracture toughness (G_{IC} and K_{IC}) at moderately high loading rates, s. 27-58. ISBN 0-08-043689-7.

13 Publikace autora

- [i] VESELÝ, P.; FIEDLER, L.; NEZBEDOVÁ, E.; VLACH, B. The effects of morphology on the yield behaviour of polyethylene copolymers. *Chemické listy*. 2005, vol. 2005, no. 99, s. 484-486. ISSN 0009-2770.
- [ii] FIEDLER, L.; VLACH, B. Měření lomové houževnatosti vybraných slitin hliníku. In *Zeszyty naukowe politechniki Opolskiej seria Mechanika*. Opole : Politechnika Opolska, 2005, vol. 2005, no. 308, s. 225-230. ISSN 1429-6055.
- [iii] VESELÝ, P.; VLACH, B.; NEZBEDOVÁ, E.; FIEDLER, L. The effects of morphology on the Yield behaviour of Polyethylene Copolymers. In *Sborník konference: Juniormat'05*. Brno : FSI VUT v Brně, 2005. s. 263-267. ISBN 80-214-2984-4.
- [iv] FIEDLER, L.; NEZBEDOVÁ, E.; VLACH, B.; VESELÝ, P. Essential Work of Fracture of Polypropylene and Acrylonitrile Butadiene Styrene. In *Sborník konference: Juniormat'05*. Brno : FSI VUT v Brně, 2005. s. 259-262. ISBN 80-214-2984-4.
- [v] LANGER, P.; FIEDLER, L.; VLACH, B.; NEZBEDOVÁ, E. Stanovení odolnosti plastových trubek vůči stabilnímu šíření trhliny s využitím koncepce R-křivky. In *Víceúrovňový design pokrokových materiálů*. Brno : FSI VUT v Brně, 2005. s. 201-206. ISBN 80-239-6145-4
- [vi] VESELÝ, P., FIEDLER, L., OLŠÁK, A. Vliv rychlosti zatěžování na deformační chování systému polypropylen/ CaCO_3 , mechanické vlastnosti polypropyleny, In *Zeszyty naukowe politechniki Opolskiej seria Mechanika*. Opole : Politechnika Opolska, 2006. s. 209-214. ISSN 1429-6065.
- [vii] BAREŠ, P.; FIEDLER, L. Stanovení odolnosti HDPE materiálů vůči šíření trhlín z pohledu dvou-parametrové lomové mechaniky. In *Víceúrovňový design pokrokových materiálů*. Brno : ÚFM AVČR Brno, 2006. s. 163-170. ISBN 80-239-6145-4.
- [viii] BAREŠ, P.; FIEDLER, L.; KNĚSL, Z. Two-Parameter Description of Fracture Toughness of PE Multilayer Pipe Materials. In *Proceedings of Polymerwerkstoffe 2006*. Halle : Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 2006. s. 158. ISBN 978-3-86010-856-7.
- [ix] VESELÝ, P.; FIEDLER, L.; NEZBEDOVÁ, E.; VLACH, B. Struktura a vlastnosti izotaktického Polypropyleny plněného částicemi CaCO_3 . In *Víceúrovňový design pokrokových materiálů*. Brno : ÚFM AVČR Brno, 2006. s. 171-178. ISBN 80-239-6145-4.
- [x] FIEDLER, L.; VESELÝ, P.; VLACH, B.; NEZBEDOVÁ, E. Využití koncepce J – integrálu při hodnocení lomového chování pastových trubek. In *Zeszyty naukowe politechniki Opolskiej seria Mechanika*. Opole : Politechnika Opolska, 2006. s. 137-142. ISSN 1429-6065.

- [xi] ŠESTÁKOVÁ, L.; MAJER, Z.; FIEDLER, L.; KNĚSL, Z. K-Calibration of specimens used for lifetime estimation of multilayer pipes. In *Proceedings of 11th Problemseminar Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen*. Merseburg : WKMP, 2008. 4 s
- [xii] FIEDLER, L.; JULIŠ, M.; VLACH, B.; PODRÁBSKÝ, T. Vliv různé ochlazovací rychlosti na mechanické vlastnosti hliníkové slitiny A357. *Zeszyty naukowe politechniki Opolskiej seria Mechanika*. Opole : Politechnika Opolska, 2007, vol. 321, no. 89, s. 35-38. ISSN 1429-6065.
- [xiii] FIEDLER, L., NEZBEDOVÁ, E., BALDRIÁN, Z., ŠINDELÁŘ, P., VLACH, B.: Structure versus toughness of HDPE. In *Proceedings of 11th Problemseminar Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen*. Merseburg : WKMP, 2008. 5 s.
- [xiv] NEZBEDOVÁ, E.; FIEDLER, L.; MAJER, Z.; VLACH, B.; KNĚSL, Z.: Fracture Toughness of Multi-layer Pipes, *Strength of Materials*. 2008, vol. 391, no. 1, s.146-149. ISSN 0556-171X.
- [xv] ŠESTÁKOVÁ, L.; HUTAŘ, P.; FIEDLER, L.; NÁHLÍK, L. K-kalibrace nehomogenních zkušebních těles typu C. In *10th International Scientific Conference - Applied Mechanics 2008 (full texts of paper and extended abstracts)*. Gliwice : Wydawnictwo Katedry Mechaniki Stosowanej, 2008. s. 24-31. ISBN 978-83-60102-49-7.

14 Seznam použitých zkratk a symbolů

Δa	Stabilní přírůstek trhliny	[mm]
\dot{a}	Rychlost šíření trhliny	[m.s ⁻¹]
\dot{a}_c	Kritická rychlost šíření trhliny	[m.s ⁻¹]
a	Délka trhliny, hloubka vrubu	[mm]
A	adsorbance	
a_0	Původní délka trhliny	[mm]
ABS	Akrylonitril-butadien-styren	
A_L	Plocha ligamentu	[mm ²]
B	Parametr biaxiality	[-]
B, B_1, B_2	Tloušťka zkušebního tělesa	[mm]
C	Bezpečnostní součinitel	[-]
C	Koeficient funkce	[-]
c	Délka křezu	[mm]
C_1, C_2	Koeficienty regresní funkce	[-]
COD	Crack open displacement - rozevření trhliny	[μm]
c_p	Specifická tepelná kapacita	[J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹]
Cr	Krystalinita	[%]
CT	Kompaktní tahové zkušební těleso	
CTOD	Crack tip opening displacement - rozevření čela trhliny	[μm]
D	Stupeň polydisperzity	[-]
d	Mezirovinná vzdálenost	[nm]
$d(COD)/dt$	Rychlost šíření pomalé trhliny	[μm.min ⁻¹]
d_{em}	Střední vnější průměr trubky	[mm]
ΔH_m	Teplo tání zcela krystalického polymeru	[J.g ⁻¹]
$\Delta H_{m,s}$	Teplo tání semikrystalického polymeru	[J.g ⁻¹]
DSC	Differential scanning calorimetry - diferenciální snímací kalorimetrie	
E	Youngův modul pružnosti v tahu	[MPa]
E^*	Youngův modul pružnosti určený při vysoké rychlosti zatěžování	[MPa]

E'	Efektivní Youngův modul pružnosti v tahu	[MPa]
$E\text{-CTFE}$	Etylén – Chlortrifluoretylén	
e_n	Jmenovitá tloušťka stěny trubky	[mm]
$EPLM$	Elasto-plastická lomová mechanika	
F	Síla	[N]
$f(a/W)$	Korekční (tvarová) funkce	[-]
FCG	Fatigue crack growth - Růst únavové trhliny	
F_{GY}	Síla při odklonu od lineární části záznamu zkoušky rázem v ohybu	[N]
F_{max}	Maximální síla	[N]
$FNCT$	Full notch creep test	
FRP	Fibre reinforced pipes - trubky vyztužené skelnými vlákny	
$FTIR$	Fourier transform infrared spectroscopy - infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací	
FTS	Full scale test	
G	Hnací síla trhliny	[MN.m ⁻¹]
G_D	Dynamická lomová houževnatost	[kJ.m ⁻²]
$G_{D\ min}$	Minimální hodnota dynamické lomové houževnatosti	[kJ.m ⁻²]
$G_{D,C}$	Dynamická lomová houževnatost stanovená za podmínek rovinné napjatosti	[kJ.m ⁻²]
$G_{D,C}(cor)$	Dynamická lomová houževnatost stanovená za podmínek rovinné napjatosti	[kJ.m ⁻²]
$G_{D,in}$	Dynamická lomová houževnatost stanovená za podmínek rovinné napjatosti	[kJ.m ⁻²]
$G_{D,in}(cor)$	Dynamická lomová houževnatost stanovená za podmínek rovinné napjatosti	[kJ.m ⁻²]
G_I	Rychlost uvolňování energie	[kJ.m ⁻²]
G_{IC}	Kritická hodnota rychlosti uvolňování energie G_I - lomová houževnatost	[kJ.m ⁻²]
G_p	Modul deformačního zpevnění	[MPa]
GPC	Gelová permeační chromatografie	
$HDPE$	Vysokohustotní polyetylén	
$HSDT$	High double torsion test	
I	Intenzita záření po průchodu vzorkem	[W.m ⁻²]
I_0	Intenzita záření vstupujícího do vzorku	[W.m ⁻²]

J, J_I	Křivkový J integrál	[kJ.m ⁻²]
J_0	Kritická hodnota J integrálu pro stabilní přírůstek trhliny $\Delta a = 0$ mm	[kJ.m ⁻²]
$J_{0,2}$	Kritická hodnota J integrálu pro stabilní přírůstek trhliny $\Delta a = 2$ mm	[kJ.m ⁻²]
J_{IC}	Kritická hodnota křivkového J integrálu	[kJ.m ⁻²]
K, K_I	Součinitel intenzity napětí	[MPa.m ^{0,5}]
K_{IC}	Kritická hodnota součinitele intenzity napětí - lomová houževnatost	[MPa.m ^{0,5}]
K_{ICd}	Dynamická lomová houževnatost	[MPa.m ^{0,5}]
K_{IQd}	Provizorní hodnota dynamické lomové houževnatosti	[MPa.m ^{0,5}]
L	Délka zkušebního tělesa	[mm]
L_0	Počáteční měřená délka	[mm]
L_a	Tloušťka amorfní oblasti	[nm]
L_c	Tloušťka krystalické oblasti (lamely)	[nm]
$LDPE$	Nízkohustotní polyetylén	
$LELM$	Lineárně elastická lomová mechanika	
LP	Dlouhá perioda	[Å]
M	Hmotnost	[kg]
MFI	Hmotnostní index toku	[g/10min]
MFR	Poměr indexů toku	[-]
M_n	Číselně střední molární hmotnost	[g.mol ⁻¹]
MRS	Minimum required strength - dlouhodobá minimální požadovaná pevnost	[MPa]
M_w	Hmotnostně střední molární hmotnost	[g.mol ⁻¹]
N	Exponent funkce	
n	Řád reflexe	
NPT	Notch pipe test	
p	Tlak plynu v potrubí	[Bar]
PA	Polyamid	
PB	Polybutylen	
p_c	Kritický tlak	[Bar]

$p_{c, FST}$	Kritický tlak stanovený při FST zkoušce	[Bar]
$p_{c, S4}$	Kritický tlak stanovený při S4 zkoušce	[Bar]
<i>PE100</i>	Polyetylén - trubkový typ třetí generace	
<i>PE100RC</i>	Materiál PE100 se zvýšenou odolností proti SCG	
<i>PE63</i>	Polyetylén - trubkový typ první generace	
<i>PE80</i>	Polyetylén - trubkový typ druhé generace	
<i>PENT</i>	Pennsylvania Notch Test	
<i>PE-RT</i>	Polyetylén se zvýšenou odolností proti vysoké teplotě	
<i>PE-X</i>	Zesíťovaný polyetylén	
<i>PN</i>	Nominal pressure - jmenovitý přetlak	[Bar]
<i>PP</i>	Polypropylen	
<i>PP-B</i>	Blokový kopolymer polypropylenu	
<i>PP-H</i>	Homopolymer polypropylenu	
<i>PP-R</i>	Statistický kopolymer polypropylenu	
<i>PSI</i>	Plane stress impact test	
<i>PVC</i>	Polyvinilchlorid	
<i>PVD-EL</i>	Elektricky vodivý typ PVDF	
<i>PVDF</i>	Polyvinylidenfluorid	
<i>PVDF-CL</i>	PVDF s vyšší odolností proti radikálům chloru	
r	Minimální průměrná vzdálenost konců makromolekuly	[nm]
R	Poměr ramen	[-]
<i>RCP</i>	Rapid crack propagation - rychlé šíření trhliny	
R_e	Mez kluzu	[MPa]
s	Šířka vzorku pod vrubem	[mm]
S	Vzdálenost opor	[mm]
S	Pipe series - potrubní řada	
<i>S4</i>	Small scale steady state test	
<i>SAXS</i>	Small angle X-ray spectroscopy - rentgenová difrakce v oblasti malých úhlů	
s_c	Kritický rozměrový parametr	[μm]

<i>SCB</i>	Počet krátkých bočních větví	[CH3/1000C]
<i>SCG</i>	Slow crack growth - pomalý růst trhliny	
<i>SDR</i>	Standard dimension ratio - standardní rozměrový poměr	
<i>SENB</i>	Ohybové zkušební těleso	
s_w	Hmotnostně střední délka polymerního řetězce	
T	Teplota	[°C]
t	Tloušťka stěny trubky, tloušťka tahového zkušebního tělesa	[mm]
T	T - modul	[MJ/m ³]
t_1	Tloušťka stěny nosné části trubky	[mm]
t_2	Tloušťka ochranné vrstvy trubky	[mm]
t_B	Čas do iniciace křehké trhliny	[min]
T_c	Kritická teplota	[°C]
<i>TCB</i>	Trichlorbenzen	
t_f	Čas do lomu	[min]
T_m	Teplota tavení krystalické fáze	[°C]
<i>TREF</i>	Temperature rising elution fractionation	
U, U_C	Celková korigovaná energie	[mJ]
U'_C, U_T	Celková energie	[mJ]
U_{in}	Korigovaná iniciační energie	[mJ]
U'_{in}	Iniciační energie	[mJ]
U_K	Korekční energie	[mJ]
U_{py}	Energie absorbovaná při tvorbě smykových okrajů	[J]
v	Rychlost zkoušky	[mm/min]
W	Šířka zkušebního tělesa	[mm]
W_F	Celková práce do lomu	[MPa]
x	Vzdálenost osy zatěžování od vnitřní stěny C tělesa	[mm]
β	Část plastické práce přeměněná na teplo	[J]
β	Experimentálně stanovená hodnota	[-]
δ	Šířka křezu, rozevření čela trhliny	[μm]

δ_l	Rozevžení čela trhliny	[μm]
δ_{IC}	Kritická hodnota rozevření na čele trhliny	[μm]
δ_0	Přemístění síly při porušení vzorku	[mm]
δ_p	Přemístění síly v okamžiku působení síly F_{max}	[mm]
$\dot{\varepsilon}$	Rychlost deformace	[s^{-1}]
ε_y	Deformace na mezi kluzu	[%]
$\dot{\eta}$	Rychlost růstu tloušťky křevu	[s^{-1}]
κ	Tepelná difuzivita	[$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]
λ	Vlnová délka	[nm]
ρ	Hustota materiálu	[$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$]
σ	Napětí	[MPa]
σ_0	Charakteristické (efektivní) napětí	[MPa]
σ_A	Axiální napětí ve stěně trubky	[MPa]
σ_c	Kohezní napětí	[MPa]
σ_{cS4}	Kritické obvodové napětí	[MPa]
σ_d	Mez kluzu materiálu stanovená při zkoušce rázem v ohybu	[MPa]
σ_{DR}	Napětí při dloužení	[MPa]
σ_L	Aplikované napětí při FNCT testu	[MPa]
σ_r	Radiální napětí ve stěně trubky	[MPa]
σ_S	Výpočtové napětí	[MPa]
σ_u	Mez pevnosti	[MPa]
σ_y	Mez kluzu	[MPa]
σ_θ	Obvodové napětí ve stěně trubky	[MPa]
ν	Poissonův poměr	[-]
η	Geometrický faktor	[-]
θ	Úhel dopadu	[°]
Φ	Energetický kalibrační faktor	[-]